

Ionenstrahlgestützte Molekularstrahlepitaxie von Galliumnitrid-Schichten auf Silizium

Von der Fakultät für Physik und Geowissenschaften
der Universität Leipzig
genehmigte

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades
Doctor rerum naturalium
Dr. rer. nat.

vorgelegt
von M.Sc. Annemarie Finzel
geboren am 16. Januar 1989 in Borna

Gutachter:

Prof. Dr. Dr. h.c. Bernd Rauschenbach (IOM Leipzig, Universität Leipzig)

Prof. Dr. Armin Dadgar (Otto-von-Guericke Universität Magdeburg)

Prof. Dr. Andreas Waag (Technische Universität Braunschweig)

Tag der Verleihung: 20. Juni 2016

Bibliografische Beschreibung

Finzel, Annemarie

Ionenstrahlgestützte Molekularstrahlepitaxie von Galliumnitrid-Schichten auf Silizium

Universität Leipzig, Dissertation

185 S., 160 Lit., 109 Abb., 18 Tab., 23 Gl.

Referat: Die vorliegende Arbeit befasst sich mit dem Einfluss einer hyperthermischen Stickstoffionenbestrahlung ($E_{kin} \leq 25 \text{ eV}$) auf das Galliumnitrid-Schichtwachstum. Dabei wird insbesondere der Einfluss einer Oberflächenrekonstruktion, einer Strukturierung der Oberfläche, einer Zwischenschicht (Pufferschicht) und der Einfluss verschiedener Siliziumsubstratorientierungen auf das epitaktische Wachstum von dünnen Galliumnitrid-Schichten nach einer hyperthermischen Stickstoffionenbestrahlung diskutiert. Ziel war es, möglichst dünne, epitaktische und defektarme Galliumnitrid-Schichten zu erhalten.

Für die Charakterisierung der Galliumnitrid-Schichten und der Siliziumsubstrate standen diverse Analysemethoden zur Verfügung. Die kristalline Oberflächenstruktur konnte während des Wachstums mittels Reflexionsbeugung hochenergetischer Elektronen beobachtet werden. Nachfolgend wurde die Oberflächentopografie, die kristalline Struktur und Textur, sowie die optischen Eigenschaften der Galliumnitrid-Schichten mittels Rasterkraftmikroskopie, Röntgenstrahl-Diffraktometrie, hochauflösender Transmissionselektronenmikroskopie und Photolumineszenzspektroskopie untersucht.

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | Einleitung | 1 |
| 1.1 | Materialsystem Galliumnitrid | 5 |
| 1.1.1 | Kristallstrukturen | 5 |
| 1.1.2 | Eigenschaften | 6 |
| 1.2 | Herstellungsverfahren | 8 |
| 1.2.1 | Metallorganische Gasphasenepitaxie | 8 |
| 1.2.2 | Molekularstrahlepitaxie | 8 |
| 1.2.3 | Ionenstrahlgestützte Molekularstrahlepitaxie | 9 |
| 2 | Grundlagen | 11 |
| 2.1 | Ionen-Festkörper-Wechselwirkungen | 11 |
| 2.2 | Das Brice-Modell | 14 |
| 2.3 | Schichtwachstum | 15 |
| 2.3.1 | Keimbildung | 16 |
| 2.3.2 | Wachstumsmodi | 19 |
| 2.3.3 | Schichtbildung | 21 |
| 2.4 | Experimenteller Aufbau | 22 |
| 2.4.1 | Anlage zur Ionenstrahlgestützten Deposition | 22 |
| 2.5 | Probenherstellung | 27 |
| 2.5.1 | Substratmaterialien | 27 |
| 2.5.2 | Schichtdeposition | 29 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 2.6 | Analysemethoden | 31 |
| 2.6.1 | Reflexionsbeugung hochenergetischer Elektronen | 31 |
| 2.6.2 | Auger-Elektronen-Spektrometrie/Beugung niederenergetischer Elektronen | 32 |
| 2.6.3 | Röntgenstrahl-Diffraktometrie/-Reflektometrie | 35 |
| 2.6.4 | Rasterkraftmikroskopie | 40 |
| 2.6.5 | Röntgen-Photoelektronenspektroskopie | 41 |
| 2.6.6 | Rasterelektronenmikroskopie | 43 |
| 2.6.7 | Transmissionselektronenmikroskopie | 44 |
| 2.6.8 | Energiedispersive Röntgenspektroskopie | 46 |
| 2.6.9 | Photolumineszenz-Spektroskopie | 47 |
| 3 | Ionenstrahlgestütztes Wachstum von GaN-Schichten auf Silizium | 51 |
| 3.1 | Motivation | 51 |
| 3.2 | Optimierung der Substratvorbehandlung | 53 |
| 3.2.1 | Schritt 1: Reinigung und Oxidentfernung | 54 |
| 3.2.2 | Schritt 2: Oberflächenrekonstruktion | 55 |
| 3.2.3 | Schritt 3: Stickstoffionenbestrahlung | 57 |
| 3.3 | Optimierung der Depositionsparameter für Si(111)-Substrate | 62 |
| 3.4 | Wachstum von GaN-Schichten auf strukturierten Si(111)-Substraten . | 73 |
| 3.5 | Wachstum von GaN-Schichten auf Si(100)-Substraten | 86 |
| 3.5.1 | Abhängigkeit von der Stickstoffionenfluenz | 87 |
| 3.5.2 | Einfluss der Substrattemperatur | 98 |
| 3.5.3 | Einfluss des I/A-Verhältnisses | 106 |
| 3.5.4 | Diskussion der Ergebnisse | 113 |
| 3.5.5 | Auswertung der <i>in plane</i> Polfigurmessungen | 116 |
| 3.6 | Vergleichende Zusammenfassung der Ergebnisse | 122 |
| 4 | Hyperthermische Ionenbestrahlung von GaN-Oberflächen | 131 |
| 4.1 | Herstellung der GaN-Schichten | 132 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 4.2 | Ionenbestrahlungsexperimente | 132 |
| 4.3 | Hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung von GaN-Schichten . . . | 134 |
| 4.3.1 | Bestrahlung der GaN-Schichten (I/A-Verhältnis: 1,8) | 134 |
| 4.3.2 | Bestrahlung der GaN-Schichten (I/A-Verhältnis: 2,3) | 141 |
| 4.3.3 | Vergleich der Ergebnisse | 145 |
| 4.4 | Diskussion | 149 |
| 4.5 | Zusammenfassung | 152 |
| 5 | Zusammenfassung | 153 |
| 6 | Literaturverzeichnis | 157 |
| | Abkürzungen | 175 |
| | Danksagung | 177 |
| | Lebenslauf | 181 |
| | Publikationslisten | 183 |
| | Selbstständigkeitserklärung | 185 |

1 Einleitung

Galliumnitrid (GaN) ist aufgrund seiner vielfältigen Anwendungen im optoelektronischen und elektronischen Bereich eines der bedeutendsten Halbleitermaterialien der heutigen Zeit und steht im Mittelpunkt vieler Forschungs- und Entwicklungsarbeiten. Obwohl GaN bereits 1932 erstmals mittels der chemischen Gasphasendeposition synthetisiert wurde [1], bestand erst in den 90er Jahren intensives Interesse an diesem Material. Dies führte zu einer rasanten Entwicklung und Verbesserung der Herstellungsverfahren. Den wichtigsten Anwendungsbereich von GaN stellen die sogenannten „blauen“ Leuchtdioden (LED), die Licht im blauen Spektralbereich emittieren, dar. Hierfür erhielten die Herren Akasaki, Amano und Nakamura im Jahr 2014 den Nobelpreis in Physik. Durch die Entwicklung und Herstellung von energieeffizienten und langlebigen LEDs, die blaues und insbesondere weißes Licht emittieren, wurde der Leuchtmittelmarkt revolutioniert, sodass GaN-basierte Leuchtelemente aus dem Alltag nicht wegzudenken sind. Weiterhin wird GaN zur Herstellung von „blauen“ Laserdioden (LD) und bei der Produktion von elektronischen Hochfrequenz-, Hochtemperatur- und Hochleistungsbauelementen verwendet [2, 3]. Blaue LDs kommen zum Beispiel beim Beschreiben und Lesen von Blu-RayTM-Discs zum Einsatz. Zudem ist GaN für Sensoranwendungen geeignet [4].

Die 3,4 eV große Bandlücke von GaN mit einem direkten Bandübergang erlaubt eine Lumineszenz im nahen ultravioletten Teil des elektromagnetischen Spektrums bei einer Wellenlänge von etwa 365 nm. In Mischkristallen aus GaN und Aluminiumnitrid (AlGaN) oder Indiumnitrid (InGaN) kann die Breite der Bandlücke über die Änderung der Aluminium- bzw. Indiumkonzentration variiert werden. Auf diese Weise kann

prinzipiell eine Emission vom ultravioletten bis in den roten Wellenlängenbereich gewählt werden, wodurch der Anwendungsbereich stark erweitert wird. Zudem sind die Photonenausbeuten aufgrund des direkten Bandübergangs höher als bei anderen Licht emittierenden Materialien mit indirektem Bandübergang, wie zum Beispiel Siliziumkarbid (SiC), dessen Bandlücke (2,9 eV) ebenfalls eine Emission im blauen Spektralbereich erzeugt. Vorteilhaft ist außerdem, dass GaN eine hohe thermische, mechanische und chemische Stabilität besitzt und sich daher GaN-basierte Bauelemente durch eine besonders lange Lebensdauer auszeichnen. Im undotierten Zustand ist GaN n-leitend und kann durch entsprechende Dotierung mit beispielsweise Magnesium in den p-leitenden Zustand überführt werden.

Alle genannten Anwendungen basieren auf dünnen Schichten aus GaN mit Schichtdicken im Bereich von wenigen Nanometern bis hin zu einigen Mikrometern. Es werden möglichst einkristalline Schichten benötigt, da Gitterfehler und die dadurch gebildeten tiefen Störstellen zu unerwünschten Lumineszenzen, wie zum Beispiel der sogenannten „gelben Lumineszenz“, führen können. Für die Herstellung von einkristallinen GaN-Schichten können eine Reihe chemischer und physikalischer Verfahren eingesetzt werden. Gegenwärtig werden epitaktische GaN-Schichten fast ausschließlich mit der metallorganischen Gasphasenepitaxie (MOVPE), der Molekularstrahlepitaxie (MBE) oder der Hydridgasphasenepitaxie (HVPE) synthetisiert, jedoch liegt die kristalline Qualität dieser GaN-Schichten unterhalb derer von herkömmlichen Halbleitern. Der Grund hierfür ist, dass keine optimal geeigneten Substrate für das heteroepitaktische Wachstum von GaN existieren. Bevorzugt kommen Saphir und Siliziumkarbid als Substratmaterialien zum Einsatz, die jedoch wegen der mehr oder weniger hohen Gitterfehlanpassung, sowie der thermischen und chemischen Fehlpassung zu einer hohen Defektdichte im GaN-Kristallgitter führen. Dabei handelt es sich überwiegend um durchstoßende Versetzungen, deren Dichte die in herkömmlichen Halbleitermaterialien um mehrere Größenordnungen übersteigt. Dennoch lassen sich mit GaN-basierten Bauelementen trotz dieser hohen Defektdichten hohe Leistungsdichten erzielen.

In der vorliegenden Arbeit wurde zur Herstellung von epitaktischen GaN-Schichten das Verfahren der ionenstrahlgestützten Molekularstrahlepitaxie (IBA-MBE) eingesetzt. Es handelt sich um eine Weiterentwicklung des MBE-Verfahrens, das bislang nur wenig eingesetzt wird [5–12]. Der Vorteil dieser Methode ist, dass zum Schichtwachstum Stickstoffionen mit hyperthermischen Energien (< 50 eV) verwendet werden, wodurch geringere Defektdichten erreicht werden können. Außerdem kann die Ionenenergie als zusätzlicher Parameter variiert werden, wodurch gezielt Schichteigenschaften, wie kristallographische Struktur, Morphologie und Oberflächentopografie beeinflusst werden können.

Da das Regime der hyperthermischen Teilchenenergien bis heute wenig untersucht ist, befasst sich die vorliegende Arbeit mit dem Einfluss einer hyperthermischen Stickstoffionenbestrahlung ($E_{kin} \leq 25$ eV) auf das GaN-Schichtwachstum. Dabei wird insbesondere der Einfluss einer Oberflächenrekonstruktion, einer Strukturierung der Oberfläche, einer Zwischenschicht (Pufferschicht) und der Einfluss verschiedener Siliziumsubstratorientierungen auf das epitaktische Wachstum von dünnen GaN-Schichten nach einer hyperthermischen Stickstoffionenbestrahlung diskutiert. Ziel war es, möglichst dünne, epitaktische und defektarme GaN-Schichten zu erhalten.

Die Verwendung von Silizium als Substratmaterial ist immer noch Teil aktueller Forschungsvorhaben [13], da Silizium zum einen eine kosteneffiziente Alternative zu beispielsweise Siliziumkarbid darstellt und zum anderen viele elektronische Anwendungen auf Silizium basieren. Bei der Verwendung von Silizium als Substratmaterial für die GaN-Epitaxie ergeben sich jedoch erhebliche Komplikationen, welche die Herstellung von GaN-Schichten mit hoher kristalliner Qualität erschweren.

Im Einleitungskapitel werden zunächst die Eigenschaften von GaN, sowie die wichtigsten Herstellungsverfahren näher erläutert. Das darauffolgende Kapitel beschäftigt sich mit den Grundlagen des Schichtwachstums und mit der Herstellung der GaN-Schichten. Weiterhin werden die angewandten Analysemethoden erklärt. Kapitel drei beschäftigt sich mit der ionenstrahlgestützten Deposition der GaN-Schichten auf Siliziumsubstraten, welche zuvor mit hyperthermischen Stickstoffionen bestrahlt

wurden. In Kapitel vier werden die Auswirkungen einer hyperthermischen Stickstoffionenbestrahlung mit hohen Fluenzen und bei verschiedenen Substrattemperaturen diskutiert.

1.1 Materialsystem Galliumnitrid

1.1.1 Kristallstrukturen

GaN kann in drei verschiedenen Strukturtypen kristallisieren: in der thermodynamisch stabilen hexagonalen Wurtzitstruktur (w-GaN), in der metastabilen kubischen Zinkblendestruktur (z-GaN) und in der ebenfalls kubischen Steinsalzstruktur (NaCl-Struktur). Da die kubische NaCl-Struktur nur bei extrem hohen Drücken existiert (oberhalb eines Übergangsdruckes von 30-37 GPa [14]), wird diese im Folgenden nicht näher betrachtet.

Das thermodynamisch stabile w-GaN gehört der Raumgruppe $P6_3mc$ an, mit den Gitterkonstanten $a = 0,3189 \text{ nm}$ und $c = 0,5185 \text{ nm}$ [15, 16] bei Raumtemperatur (RT). Das Gitter besteht aus zwei dichtest gepackten, sich durchdringenden, hexagonalen Untergittern, welche jeweils nur mit einer Atomsorte (Gallium bzw. Stickstoff) besetzt sind. Die Untergitter sind entlang der c -Achse um $\frac{5}{8}c$ gegeneinander verschoben (siehe Abb. 1.1), sodass sich im Zentrum eines sich daraus ergebenden Tetraeders ein Galliumatom befindet, dessen Ecken mit Stickstoffatomen besetzt sind, und umgekehrt. Somit setzt sich das hexagonale Kristallgitter aus in c -Richtung gestapelten parallelen Ebenen jeweils einer Atomsorte, mit der c -Achse als Normalen, zusammen. Sei A nun eine Galliumebene mit benachbarter Stickstoffebene und B ebenfalls eine solche Kombination, welche gegenüber A um $\frac{2}{3}\vec{a}_1 + \frac{1}{3}\vec{a}_2$ verschoben ist (\vec{a}_1 und \vec{a}_2 sind die Gittervektoren). Damit ergibt sich für das hexagonale Gitter die Stapelfolge ABAB..., wobei die Ausrichtung der Gallium-Stickstoff-Bindung die Polarität entlang der c -Achse angibt. Gallumpolarität entspricht einer Ausrichtung in $[0001]$ -Richtung und Stickstoffpolarität einer Ausrichtung in $[000\bar{1}]$ -Richtung [17]. Für die optoelektronischen Anwendungen von GaN wird fast ausschließlich die wurtzitische Phase verwendet.

Das unter Normalbedingungen metastabile z-GaN mit der Raumgruppe $F\bar{4}3m$ besitzt eine Gitterkonstante von $a = 0,4511 \text{ nm}$ [16] bei RT. Es setzt sich aus zwei kubisch flächenzentrierten Untergittern jeweils einer Atomsorte zusammen (Zink-

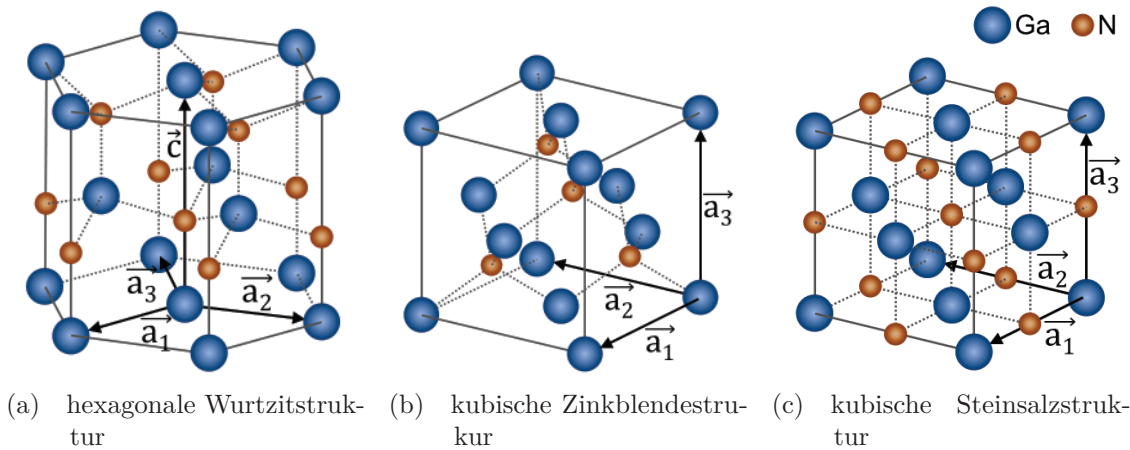


Abb. 1.1: Kristallstrukturen der verschiedenen GaN-Modifikationen, wobei die Elemente Gallium und Stickstoff in blau und orange dargestellt sind.

blendegitter), welche entlang der Raumdiagonalen um ein Viertel der Diagonalen verschoben sind (siehe Abb. 1.1). Die Koordination der Atome ist wieder tetraedrisch. Unter Benutzung der vorangegangenen Notation ergibt sich eine Stapelfolge von ABCABC... entlang der $[111]$ -Richtung, wobei C eine gegenüber A um $\frac{1}{3}\vec{a}_1 + \frac{2}{3}\vec{a}_2$ verschobene Ebene ist. Oftmals tritt kubisches GaN verzwillingt auf. Es handelt sich um Rotationszwillinge mit der Stapelfolge ACBACB..., wobei ein Zwilling durch eine 180° -Drehung des Kristallgitters entlang der $[111]$ -Richtung (Zwillingsachse) in den anderen Zwilling überführt werden kann. Für z-GaN wird die Polarität entlang der $[111]$ - und entlang der $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ -Richtung festgesetzt.

1.1.2 Eigenschaften

Tabelle 1.1 fasst die wichtigsten strukturellen, thermischen und elektrischen Eigenschaften der beiden relevanten GaN-Phasen zusammen. Die Eigenschaften von GaN sind stark von der kristallinen Qualität abhängig. Eine hohe kristalline Qualität der GaN-Schichten ist erwünscht, um exzellente optische und elektronische Eigenschaften zu erzielen.

Im Allgemeinen wachsen die GaN-Schichten in vielen einzelnen, leicht gegeneinander verkippten und verdrehten Kristalliten (Mosaikwachstum). Aufgrund der Gitterfehlانpassung, sowie der thermischen und chemischen Fehlanpassung zwischen

Tab. 1.1: Zusammenfassung der wichtigsten Eigenschaften von hexagonalem (w-GaN) und kubischem (z-GaN) GaN [15, 16, 21–23].

| | w-GaN | z-GaN |
|-------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| Gitterparameter (RT) [nm] | $a = 0,3189, c = 0,5185$ | $a = 0,4511$ |
| Dichte (RT) [g/cm ³] | 6,15 | |
| Atomare Dichte [cm ⁻³] | $8,9 \times 10^{22}$ | |
| Schmelzpunkt (theoret.) [°C] | 2500 | |
| thermischer Ausdehnungs- | $\Delta a/a = 5,59 \times 10^{-6}$ | $\Delta a/a = 4,59 \times 10^{-6}$ |
| koeffizient (RT) [K ⁻¹] | $\Delta c/c = 5,17 \times 10^{-6}$ | - |
| Bandlücke (0 K) [eV] | 3,47 | 3,28 |

Substrat und GaN-Schicht, kann es zu hohen Versetzungsdichten (10^{10} cm^{-2}) in den Schichten kommen. Diese Versetzungen besitzen bei RT eine niedrige Mobilität, welche jedoch bei höheren Temperaturen stark zunimmt.

Der theoretische Schmelzpunkt von GaN liegt bei ca. 2500 °C [18], jedoch beginnt GaN bereits ab einer Temperatur von 710 °C thermisch instabil zu werden, indem Stickstoff aus der GaN-Schicht diffundiert [19, 20]. Zudem ist GaN ein sehr hartes Material mit einer hohen mechanischen und chemischen Stabilität.

Für optische Anwendungen ist vor allem die bandkanten nahe Lumineszenz von Bedeutung, welche bei 3,47 eV für das hexagonale GaN liegt [21]. Dies entspricht einer Lumineszenz im nahen ultravioletten Teil des elektromagnetischen Spektrums (365 nm). GaN besitzt zudem einen direkten Bandübergang, wodurch sich hohe Photonenausbeuten erzielen lassen. Bei der Rekombination an Kristallfehlern und Störstellen kann eine für die Anwendung unerwünschte Lumineszenz im sichtbaren Spektralbereich (die sogenannte „gelbe Lumineszenz“) bei rund 2,2 eV auftreten [24]. Versetzungen wirken dagegen als nichtstrahlende Rekombinationszentren und können die Photonenausbeute reduzieren [25], sowie als Streuzentren für Ladungsträger dienen, wodurch deren Beweglichkeit herabgesetzt wird [26].

1.2 Herstellungsverfahren

Aufgrund der chemischen Inertheit von molekularem Stickstoff gegenüber Gallium ist zur GaN-Herstellung reaktiver atomarer Stickstoff notwendig, damit eine chemische Reaktion eintritt. Dabei wird die Dissoziation von molekularem Stickstoff oder stickstoffhaltiger Gase, wie zum Beispiel Ammoniak, mittels thermischer oder ballistischer Methoden realisiert. Ein weiteres Problem beim Wachstum ist, dass GaN oberhalb einer Temperatur von 710 °C thermisch instabil wird [19, 20] und somit nicht beliebig hohe Substrattemperaturen gewählt werden können.

1.2.1 Metallorganische Gasphasenepitaxie

Für die industrielle Herstellung von GaN-basierten Halbleitern gehört die metallorganische Gasphasenepitaxie (MOVPE) zu den Standardverfahren [27]. Hierbei werden sogenannte Präkursoren verwendet, welche Gallium und Stickstoff in Form von gasförmigen Verbindungen ($\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$ bzw. Ammoniak) beinhalten. Die gasförmigen Ausgangsprodukte werden bei einem Druck von $< 10^2$ Pa bis hin zu Atmosphärendruck auf ein Substrat (Substrattemperatur: 1000 - 1100 °C) geleitet, auf dessen Oberfläche sie dissoziieren und chemisch zu GaN reagieren. Um die thermische Zersetzung des GaNs zu kompensieren, sind hierfür N/Ga-Verhältnisse von bis zu 10^4 notwendig [19]. Zusätzlich kommen bei diesem Verfahren Niedertemperatur-Pufferschichten (z.B. aus AlN oder GaN) zum Einsatz [28, 29], sodass GaN-Schichten von höchster kristalliner Qualität gewachsen werden können. Dies liegt vor allem an der recht hohen Substrattemperatur während des Wachstums. Weitere Vorteile dieses Verfahrens sind außerdem die vergleichsweise hohen Wachstumsraten (1 - 2 $\mu\text{m}/\text{h}$) und die Möglichkeit, GaN-Schichten homogen und großflächig abzuscheiden.

1.2.2 Molekularstrahlepitaxie

Bei der Molekularstrahlepitaxie (MBE) werden Gallium und atomarer Stickstoff auf ein Substrat gebracht, dessen Temperatur 600 - 750 °C beträgt und an dessen

Oberfläche sie beim Zusammentreffen zu GaN reagieren können. Dabei wird Gallium durch Verdampfen in einer Effusionszelle bereitgestellt und der atomare Stickstoff wird mittels einer speziell für diesen Zweck optimierten Quelle (z.B. Atomstrahlquelle, ECR-Plasmaquelle [30]) erzeugt. Molekularer Stickstoff wird in ein Plasma dissoziiert und dem geheizten Substrat zugeleitet, um dort mit dem kondensierten Gallium zu reagieren. Um Verunreinigungen der GaN-Schichten zu vermeiden, müssen Ultrahochvakuumbedingungen (UHV) vorherrschen. Ein weiterer Vorteil ist die im Vergleich zu MOVPE niedrigere Substrattemperatur. Gleichzeitig erweist sich jedoch die niedrigere Substrattemperatur als Nachteil, weil die GaN-Schichten aufgrund der stark verringerten Adatommobilität zu einem dreidimensionalen Wachstum neigen [31]. Zusätzlich ist die notwendige UHV-Technik sehr aufwändig und es werden vergleichsweise niedrige Wachstumsraten auf kleinen Abscheideflächen erzielt.

1.2.3 Ionenstrahlgestützte Molekularstrahlepitaxie

Bei den beiden zuvor erläuterten Methoden besitzt der atomare Stickstoff thermische Energien von 100 meV bzw., wenn er mit einer Atomstrahlquelle erzeugt wurde, maximal 1 eV kinetische Energie. Dadurch erklärt sich die Schwierigkeit, bei niedrigen Prozesstemperaturen hochwertige GaN-Schichten herzustellen. Eine Möglichkeit zur Überwindung kinetischer Hindernisse, wie zum Beispiel mono- oder mehratomare Stufen, stellt die Ionisierung und Beschleunigung des Stickstoffs mittels einer Ionenquelle dar. Die Ionen werden dabei auf Energien von einigen 10 eV beschleunigt und in Form eines Ionenstrahls auf die Oberfläche der wachsenden GaN-Schicht gebracht (siehe Abb. 1.2). Dieses Verfahren wird ionenstrahlgestützte MBE (IBA-MBE) genannt. Als Ionenquellen kommen zum Beispiel Stickstoff-Hohlanoden-Ionenquellen [5, 6] oder Kaufman-Ionenquellen [32, 33] mit Ionenenergien von 5 - 25 eV bzw. 35 - 100 eV zum Einsatz. Dadurch ergibt sich ein zusätzlicher wichtiger Parameter, die Ionenenergie, über den das Schichtwachstum gezielt beeinflusst werden kann. Durch Stöße der Ionen mit den Schichtatomen kommt es zu einem Impulsübertrag, welcher zu Umordnungsprozessen an und unterhalb der Oberfläche führt. Die dabei stattfindenden Prozesse

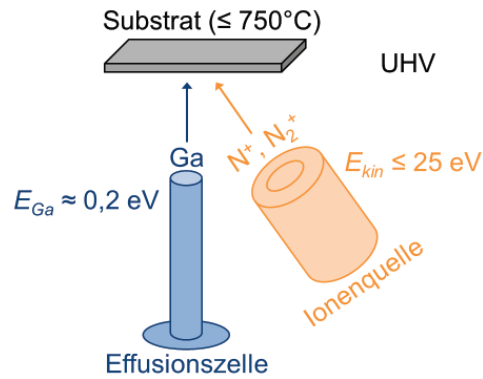


Abb. 1.2: Prinzip der ionenstrahlgestützten Molekularstrahlepitaxie von GaN unter Verwendung von Stickstoffionen mit hyperthermischer Energie.

hängen stark von der Ionenenergie ab und werden im Abschnitt 2.1 näher erläutert. Im Wesentlichen findet eine Erhöhung der kinetischen Energie der Adatome auf der Schichtoberfläche durch die niederenergetische Ionenbestrahlung statt, wodurch ein zweidimensionales Wachstum (Lagenwachstum) auch bei niedrigeren Substrattemperaturen möglich ist. Ein weiterer wichtiger Parameter bei diesem Verfahren ist das Verhältnis von Stickstoffionenfluss zu Galliumatomfluss (kurz I/A-Verhältnis) [34].

2 Grundlagen

2.1 Ionen-Festkörper-Wechselwirkungen

Im Folgenden sollen ausschließlich Wechselwirkungsprozesse von niederenergetischen Ionen (kinetische Energie kleiner als einige keV) mit Festkörpern betrachtet werden. Treffen niederenergetische Ionen auf einen Festkörper, so kommt es vorwiegend zu elastischen Stößen der Ionen mit den Atomkernen im Festkörper (nuklearer Energieverlust). Dies kann einerseits das Schichtwachstum positiv beeinflussen (Anregung der Oberflächendiffusion), andererseits können die Ionen mit entsprechend hoher kinetischer Energie Punktdefekte im Festkörper erzeugen (Frenkel-Paare). Bei einem elastischen Stoß zwischen einem Ion und einem Atom kommt es in Abhängigkeit von der Ionenenergie zu einer Vielzahl von Wechselwirkungsprozessen (Abb. 2.1):

Erzeugung eines Frenkel-Paars: Das Ion überträgt beim Stoß soviel kinetische Energie, dass das Atom von seinem Gitterplatz auf einen Zwischengitterplatz verlagert wird und eine Leerstelle zurücklässt. Die Leerstelle und das Atom auf dem Zwischengitterplatz bilden das Frenkel-Paar. Die notwendige zu übertragende Energie, um solch eine permanente Verlagerung zu erzeugen, wird auch Verlagerungsenergie E_D genannt.

Stoßkaskade: Eine Vielzahl von atomaren Verlagerungen, die von einem Ion ausgelöst wurden, wird als Stoßkaskade bezeichnet. Dazu muss das Ion ein Vielfaches der Verlagerungsenergie E_D als kinetische Energie besitzen, damit das erste gestoßene Atom weitere Stöße und permanente Verlagerungen auslösen kann. Die Stoßkaskade ist beendet, wenn die Energie der gestoßenen Atome unterhalb

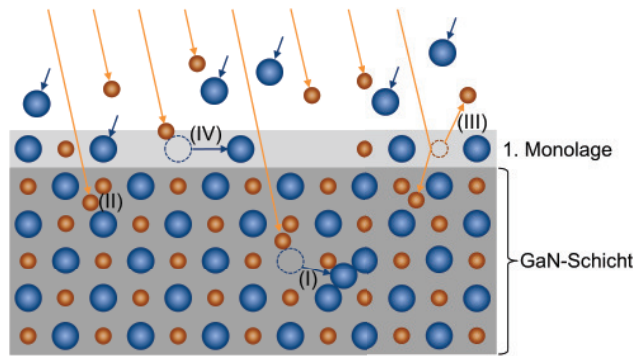


Abb. 2.1: Schematische Darstellung der Wechselwirkungsprozesse bei einer niederenergetischen Ionenbestrahlung während der Schichtabscheidung: (I) Erzeugung eines Frenkel-Paars, (II) Ionenimplantation, (III) Zerstäubung, (IV) Verlagerung von Oberflächenatomen. Eine Monolage (ML) ist dabei eine Doppelschicht aus Gallium und Stickstoff mit einer Dicke von ca. $c/2 = 0,26 \text{ nm}$.

der Verlagerungsenergie E_D liegt. Innerhalb einer Stoßkaskade kann es durch Rekombination lokal zum Ausheilen von Punktdefekten kommen. Stoßkaskaden treten bei den in dieser Arbeit verwendeten Ionenenergien ($\leq 25 \text{ eV}$) nicht auf.

Ionenimplantation: Eine Implantation des eingestrahnten Ions findet statt, wenn dieses Ion innerhalb des Festkörpers zur Ruhe kommt.

Zerstäubung: Wenn das einfallende Ion an einem Atom im Festkörper reflektiert wird und dabei genügend Energie an ein oberflächennahes Atom überträgt, sodass dieses die Oberfläche verlassen kann (übertragene Energie $>$ Oberflächenbindungsenergie), wird dies als Zerstäuben bezeichnet. Die zur Emission führende Kaskade umfasst nur wenige Stöße und wird deshalb als „single knock-on“-Bereich bezeichnet (siehe Abb. 2.1 (III)). Besitzt das einfallende Ion eine höhere kinetische Energie, so kann es, wie bereits beschrieben, zur Ausbildung einer Stoßkaskade kommen, wobei gestoßene oberflächennahe Atome den Festkörper verlassen können, wenn die übertragene Energie wiederum größer als die Oberflächenbindungsenergie ist. Ein Zerstäubungsprozess ist bei der gewählten Ionenenergie sehr unwahrscheinlich, jedoch nicht vollkommen auszuschließen. Weiterhin existieren Studien, wonach es einen Zusammenhang zwischen der Probertemperatur und der Zerstäubungsausbeute gibt [35–40].

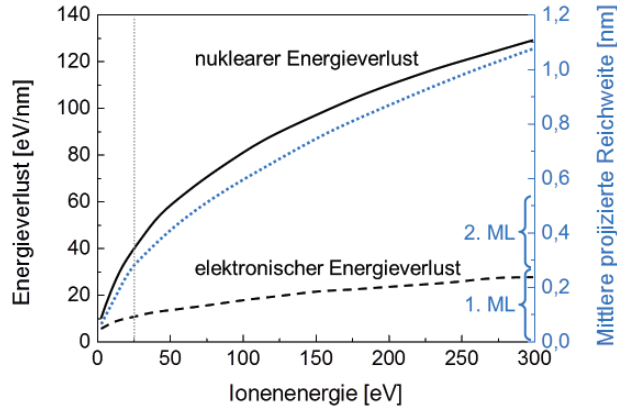


Abb. 2.2: Energieverlust und mittlere projizierte Reichweite atomarer Stickstoffionen in GaN in Abhängigkeit von der Ionenenergie [43]. Die senkrechte graue Linie markiert die Obergrenze der hier gewählten Ionenenergie von ≤ 25 eV.

Verlagerung von Oberflächenatomen: Durch viele elastische Stöße der Ionen mit Oberflächenatomen während der Schichtabscheidung kann es zur ballistischen Stimulation der Mobilität ohne Defekterzeugung unterhalb der Oberfläche kommen. Auf diese Weise sollen die niederenergetischen Stickstoffionen ballistisch die Oberflächenmobilität der Galliumadatome erhöhen, wobei die Stickstoffionen selbst eine erhöhte Beweglichkeit auf der Oberfläche besitzen. Somit können die Gallium- und Stickstoffadatome energetisch günstige Gitterplätze zur Anlagerung erreichen und auch atomare Stufen auf der Oberfläche überwinden. Dadurch verringert sich beispielsweise die Oberflächenrauheit der Schichten [41] und es kann zu einer Verbesserung der kristallinen Qualität kommen [42].

Die mittlere Reichweite der Ionen im Festkörper beträgt bei den hier gewählten Ionenenergien von ≤ 25 eV weniger als 0,4 nm (Abb. 2.2). Aus diesem Grund finden überwiegend Wechselwirkungen der Ionen mit Atomen der ersten Monolage statt, womit das Auftreten von Mehrteilchenstoßprozessen sehr unwahrscheinlich ist. Der Einfluss der Ionenenergie auf Verlagerungsprozesse in den ersten Monolagen wird im folgenden Abschnitt näher erläutert.

2.2 Das Brice-Modell

In der von Brice et al. [44] formulierten und von Ma et al. [45] ergänzten Hypothese wird davon ausgegangen, dass die Verlagerungsenergie E_D^{Of} eines Oberflächenatoms kleiner ist, als die Verlagerungsenergie eines Volumenatoms (Brice-Hypothese). Näherungsweise kann $E_D^{Of} = \frac{1}{2}E_D^{Vol}$ angenommen werden, wobei E_D^{Vol} die Verlagerungsenergie eines Volumenatoms bezeichnet. Die berechneten und experimentell bestimmten Literaturwerte für E_D^{Vol} schwanken stark und liegen bei 24 eV für GaN [46], bei 17 - 22 eV für Gallium [47–50] und bei 11 - 39 eV für Stickstoff [48–50].

Bei einem Stoß zwischen einem Ion (Energie E_{Ion} und Masse M_{Ion}) und einem Oberflächenatom (Masse M_{Atom}) wird maximal die Energie $T = \gamma \cdot E_{Ion}$ elastisch auf den Stoßpartner übertragen. Dabei ist γ der Energietransferfaktor, für den

$$\gamma = \frac{4M_{Ion}M_{Atom}}{(M_{Ion} + M_{Atom})^2} \quad (2.1)$$

gilt. Für T werden folgende Fälle unterschieden:

$T < E_D^{Of}$: Die übertragene Energie ist zu gering, um permanente Verlagerungen von Oberflächenatomen zu erzeugen. Jedoch kann die Diffusion und die Desorption von physikalisch adsorbierten Adatomen beeinflusst werden.

$E_D^{Of} < T < E_D^{Vol}$: Die übertragene Energie ist ausreichend, um Atome der ersten Monolage durch Stöße zu verlagern (ballistische Anregung der Oberflächenmobilität). Volumenatome werden nicht permanent verlagert.

$T > E_D^{Vol}$: Die übertragene Energie ist ausreichend, um auch permanente Verlagerungen von Volumenatomen zu erzeugen, sodass permanente Punktdefekte entstehen können.

Im Rahmen dieser Arbeit ist der Energiebereich $E_D^{Of} < T < E_D^{Vol}$ von besonderer Relevanz, da hier nur ionenstrahlinduzierte Oberflächenatomverlagerungen stattfinden. Bei der Bestrahlung einer GaN-Oberfläche mit Stickstoffionen beträgt der Energietransferfaktor γ etwa 0,75. Daraus ergibt sich ein Ionenenergiefenster von

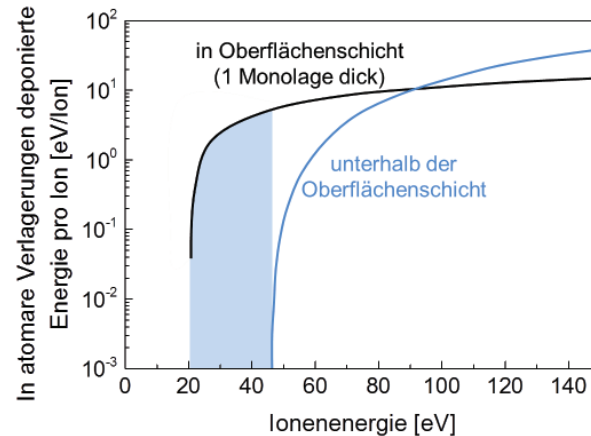


Abb. 2.3: Das nach dem Brice-Modell berechnete Energiefenster für die optimale ionenstrahlgestützte Deposition von GaN (hellblau markierter Bereich) [43].

20 eV bis 45 eV für die optimale ionenstrahlgestützte Epitaxie von GaN [43] (siehe Abb. 2.3).

2.3 Schichtwachstum

Beim Schichtwachstum müssen sich die auf der Oberfläche abgeschiedenen Adatome zuerst zu stabilen Keimen zusammenfinden, die dann weiter wachsen können. Dabei hängt die Dichte dieser Keime von der Menge der pro Zeiteinheit angebotenen Teilchen und deren Diffusion auf der Oberfläche bei gegebener Temperatur und von der Desorptionsrate ab. Bei der Nukleation und Keimbildung gibt es viele verschiedene Prozesse [51, 52] (siehe Abb. 2.4), welche parallel zueinander ablaufen und deren Wechselwirkungen untereinander unter anderem durch die vorherrschende Oberflächentopografie bestimmt werden.

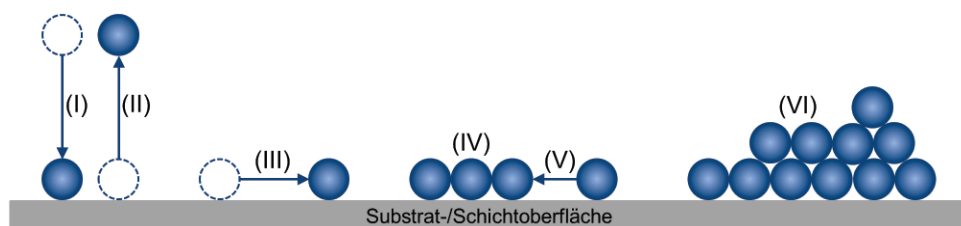


Abb. 2.4: Die wichtigsten Prozesse beim Schichtwachstum: (I) Adsorption/Deposition, (II) Desorption, (III) Oberflächendiffusion, (IV) Keimbildung, (V) Diffusion zum Keim und (VI) Inselbildung.

2.3.1 Keimbildung

Die Grundlage des Schichtwachstums ist die Keimbildung, insbesondere die heterogene Keimbildung, bei der sich der Keim an einer Fremdphase, beispielsweise an einem Substrat, bildet. Weiterhin kann es zur spontanen Bildung eines Keims aus einer homogenen Phase heraus kommen (homogene Keimbildung). Betrachtet wird nun ein thermodynamisches System, welches stets bestrebt ist, sein Potential zu minimieren, und durch eine Störung von außen aus seinem labilen Gleichgewichtszustand gebracht wird. Es kommt zur Keimbildung mit der ein Phasenübergang und somit eine Reduktion der freien Enthalpie ΔG einhergeht. Unter der Annahme eines idealen Gases gilt:

$$\Delta G = -n\Delta\mu = -nk_B T_S \cdot \ln \left(\frac{p}{p_0} \right), \quad (2.2)$$

wobei n die Teilchenanzahl, $\Delta\mu$ die Änderung des chemischen Potentials, p der Dampfdruck des Molekularstrahls und p_0 der Gleichgewichtsdampfdruck des Keimmaterials bei der Substrattemperatur T_S ist. Das Verhältnis $\frac{p}{p_0}$ wird als Übersättigung bezeichnet und stellt die ausschlaggebende Kraft der Schichtbildung dar. Ein stabiler Keim bildet sich nur dann aus, wenn die Änderung der freien Enthalpie negativ ist.

Bei der Bildung eines tropfenförmigen Aggregats auf einer Substratoberfläche gilt im Gleichgewichtszustand die Young'sche Beziehung

$$\gamma_{Sub} = \gamma_{Gf} + \gamma_{Keim} \cos \alpha. \quad (2.3)$$

Hierbei bezeichnet γ_{Sub} die Oberflächenspannung des Substrates, γ_{Gf} die Grenzflächenspannung zwischen Substrat und Keim, γ_{Keim} die Oberflächenspannung des

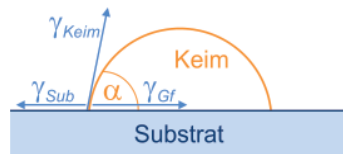


Abb. 2.5: Schematische Darstellung der Grenzflächenspannungen an einem Keim auf einer Substratoberfläche. Der Benetzungswinkel α ist aus der Young'schen Beziehung (Gl. 2.3) bestimmbar.

Keims und α den Benetzungswinkel (siehe Abb. 2.5). Gleichzeitig bildet sich zwischen dem Keim und dem Substrat eine Grenzfläche aus, zu deren Entstehung Energie benötigt wird. Mit Hilfe der Young'schen Beziehung (Gl. 2.3) und dem Formfaktor

$$f(\alpha) = \frac{(1 - \cos\alpha)^2(2 + \cos\alpha)}{4} \quad (2.4)$$

kann die Enthalpieänderung $\Delta G(r)$ durch die Bildung eines homogenen bzw. heterogenen Keims wie folgt ausgedrückt werden:

$$\Delta G_{hom}(r) = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta\mu + 4\pi r^2 \gamma_{Keim} \quad (2.5)$$

$$\Delta G_{het}(r) = -\frac{4}{3}\pi r^3 f(\alpha) \Delta\mu + 2\pi r^2 (1 - \cos\alpha) \gamma_{Keim} - \pi r^2 \cos\alpha \sin^2\alpha \gamma_{Keim}, \quad (2.6)$$

wobei r der Radius des Keims ist. Der erste Term steht jeweils für den Volumenanteil, der zweite für den Oberflächenanteil und der dritte für den Grenzflächenanteil. Erreicht ein Keim einen kritischen Radius r^* , der das Maximum von $\Delta G(r)$ markiert, ist jedes weitere Wachstum mit einer Reduzierung der freien Enthalpie verbunden. Demzufolge gibt r^* den kritischen Radius für die Entstehung eines stabilen Keims vor, sodass gilt:

$$\frac{\partial(\Delta G(r))}{\partial r} = 0 \quad \leftrightarrow \quad r_{hom}^* = \frac{2\gamma_{Keim}}{\Delta\mu}. \quad (2.7)$$

Das Einsetzen von r^* in die zugehörige Gleichung für $\Delta G(r)$ liefert die zur Bildung eines kritischen Keims nötige Arbeit ΔG^* :

$$\Delta G_{hom}^* = \frac{16\pi}{3} \frac{\gamma_{Keim}^3}{\Delta\mu^2} \quad \text{und} \quad \Delta G_{het}^* = \Delta G_{hom}^* \cdot f(\alpha). \quad (2.8)$$

Im Falle einer Abscheidung auf einer Substratoberfläche ist ΔG^* geringer, weshalb die heterogene Keimbildung der homogenen bevorzugt ist.

Die Keimbildungsrate N ist die mittlere Anzahl der pro Zeit- und Volumen- bzw. Flächeneinheit gebildeten Keime. Für heterogene Keime lässt sich die Keimbildungsrate gemäß der Formel

$$N_{het} = k^* \Gamma n^* \quad (2.9)$$

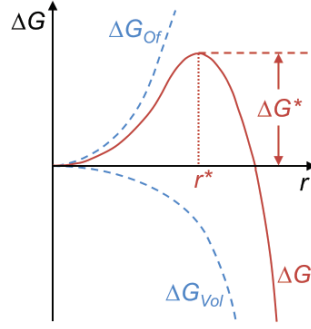


Abb. 2.6: Änderung der freien Enthalpie ΔG in Abhängigkeit vom Keimradius r . Das Maximum von ΔG stellt die nötige Arbeit zur Bildung eines kritischen Keims mit dem kritischen Radius r^* dar. ΔG_{Of} bezeichnet den Oberflächenanteil und ΔG_{Vol} den Volumenanteil.

berechnen, wobei Γ die Abweichung der Teilchenzahl vom kritischen Wert n^* beschreibt und k^* das Produkt aus Ankunftsrate J und Keimoberfläche ($k^* = J \cdot 2\pi r^* \sin \alpha$, unter Annahme einer Halbkugel) ist. Eine Abweichung der Teilchenzahl ist dadurch bedingt, dass zur Bildung eines kritischen Keims nicht exakt ΔG^* , sondern $\Delta G^* \pm k_B T_S$ benötigt wird. Die Anzahl der Teilchen, die zur Ausbildung eines kritischen Keims notwendig sind, lässt sich wie folgt berechnen:

$$n^* = n \cdot \exp \left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T_S} \right). \quad (2.10)$$

Da die Adatome nach einer mittleren Verweildauer τ ihre Gitterplätze auf der Oberfläche mit der Frequenz ν wechseln (Distanz zwischen zwei Gitterplätzen: a), lässt sich die Anzahl der Teilchen n aus dem Produkt der Ankunftsrate J und der mittleren Verweildauer τ berechnen:

$$n = J \cdot \tau = \frac{J}{\nu} \cdot \exp \left(\frac{E_{Des}}{k_B T_S} \right), \quad (2.11)$$

wobei E_{Des} die Desorptionsenergie ist. Für einen Platzwechsel eines Adatoms ist die Energie E_{Diff} nötig, welche der Aktivierungsenergie für die Oberflächendiffusion entspricht. Für die Ankunftsrate J gilt somit

$$J = \frac{a \cdot p}{\sqrt{2\pi m k_B T_S}} \cdot \exp \left(-\frac{2E_{Des} - E_{Diff}}{k_B T_S} \right), \quad (2.12)$$

wodurch sich für die Keimbildungsrate N_{het} unter Verwendung von Gl. 2.9 folgender Ausdruck ergibt:

$$N_{het} = \frac{\Gamma a \cdot p^2}{m k_B T_S} \frac{r^* \sin \alpha}{\nu} \cdot \exp \left(\frac{2E_{Des} - E_{Diff} - \Delta G^*}{k_B T_S} \right). \quad (2.13)$$

Die Keimbildungsrate hängt demzufolge direkt vom Dampfdruck des Molekularstrahls p und der Substrattemperatur T_S ab. Da die Verweildauer τ und die Desorptionsrate ebenfalls direkt von T_S abhängen, stellt die Substrattemperatur neben den Materialflüssen den wichtigsten Parameter zur Beeinflussung und Optimierung der Keimbildungsrate dar.

2.3.2 Wachstumsmodi

Prinzipiell wird zwischen drei verschiedenen Wachstumsmodi unterschieden: das Lagenwachstum, das Inselwachstum und eine Kombination aus Insel- und Lagenwachstum [53]. Dabei wird das Lagenwachstum als zweidimensionales Wachstum und das Inselwachstum als dreidimensionales Wachstum bezeichnet. Basierend auf der Young'schen Beziehung (Gl. 2.3) lassen sich zwei Grenzfälle für den Benetzungswinkel α unterscheiden:

$\alpha = 0$: Es herrscht eine vollständige Benetzung der Oberfläche vor. Die Wechselwirkung zwischen den Adatomen untereinander ist kleiner als die Wechselwirkung zwischen Substrat und Adatomen. Das Wachstum ist durch das Aufwachsen einzelner Monolagen charakterisiert, weshalb es als Lagenwachstum bzw. Frank-van-der-Merwe-Wachstum bezeichnet wird (Abb. 2.7a). Bei der Herstellung hochwertiger, kristalliner Schichten ist das Lagenwachstum ausdrücklich erwünscht.

$\alpha > 0$: Die Oberfläche ist aufgrund der stärkeren Wechselwirkung der Adatome untereinander als mit dem Substrat nur teilweise benetzt. Es findet ein inselförmiges Wachstum der Keime statt, welche erst mit zunehmender Schichtdicke zu einer geschlossenen Schicht zusammenwachsen können. Aus diesem Grund wird

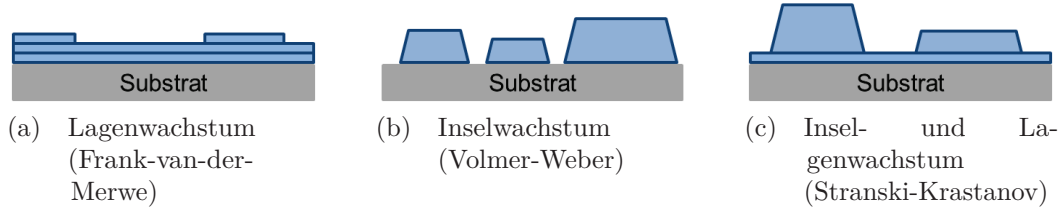


Abb. 2.7: Schematische Darstellung der drei Wachstumsmodi zum Beginn des Wachstums für eine Bedeckung größer als drei Monolagen.

dieser Wachstumsmodus auch Inselwachstum bzw. Volmer-Weber-Wachstum genannt (Abb. 2.7b).

Die Kombination aus Lagen- und Inselwachstum, sogenanntes Stranski-Krastanov-Wachstum, tritt auf, wenn ein anfängliches Lagenwachstum in ein Inselwachstum übergeht. Dabei ist die Benetzung zum Wachstumsbeginn vollständig und wird mit zunehmender Schichtdicke geringer, da der Substrateinfluss abnimmt (Abb. 2.7c). Beim heteroepitaktischen Wachstum liegt oftmals eine Kombination aus Lagen- und Inselwachstum vor, um beispielsweise durch Gitterfehlanpassungen erzeugte Spannungen abzubauen. Ein Wechsel vom Lagen- zum Inselwachstum tritt häufig nach einer kritischen Schichtdicke von 1 - 3 nm auf, da sich bei einem höheren Bedeckungsgrad die Oberflächenenergie der einzelnen Keime verringert. Aus diesem Grund ist möglicherweise eine Modifizierung der Teilchenflüsse notwendig um das Lagenwachstum aufrecht zu erhalten.

Wie bereits erwähnt, ist die Übersättigung die treibende Kraft für die Schichtbildung. Aus diesem Grund muss eine Erweiterung der Young'schen Gleichung (Gl. 2.3) um $\Delta G = -n\Delta\mu$ stattfinden und die Ableitung der Adhäsionsarbeit W_{Adh} nach der Fläche A darf nicht Null gesetzt werden:

$$\frac{\partial W_{Adh}}{\partial A} = \gamma_{Gf} + \gamma_{Keim} - \gamma_{Sub} + n\Delta\mu. \quad (2.14)$$

Gilt $\frac{\partial W_{Adh}}{\partial A} < 0$ herrscht Lagenwachstum vor und bei $\frac{\partial W_{Adh}}{\partial A} > 0$ findet Inselwachstum statt. Deshalb ist ab einer kritischen Übersättigung $\left(\frac{p}{p_0}\right)^*$ das Lagenwachstum dem Inselwachstum bevorzugt.

2.3.3 Schichtbildung

Eine Schicht besteht anschaulich betrachtet aus mehreren übereinander gestapelten Terrassen, welche unterschiedliche Größen besitzen, sodass auf der Schichtoberfläche Kinken und Stufen zu finden sind (siehe Abb. 2.8). Beim Wachstum kann die Schicht lateral und vertikal wachsen. Ersteres bedeutet, dass die Terrassen größer werden, letzteres, dass neue Terrassen gebildet werden. Die Terrassenstufen wachsen über Diffusionsprozesse, indem die Adatome auf den Terrassen bevorzugt in Richtung der Stufen diffundieren und sich an den Kinken und Stufenkanten anlagern können. Gleichzeitig ist mit diesem Prozess eine Minimierung der Oberflächenenergie verbunden. Während eines solchen Diffusionsprozesses bewegen sich die Adatome durchschnittlich um die Strecke l , welche wiederum vom Diffusionskoeffizienten D und der Lebensdauer der Adatome t abhängig ist:

$$l = \sqrt{D \cdot t}. \quad (2.15)$$

Für den Diffusionskoeffizienten D gilt

$$D = a^2 \nu \cdot \exp\left(-\frac{E_{Diff}}{k_B T_S}\right), \quad (2.16)$$

wobei ν wiederum die Sprungfrequenz, E_{Diff} die Aktivierungsenergie für die Diffusion und a die Distanz eines Diffusionssprunges ist. Durch Einsetzen von D in Gl. 2.15 ergibt sich für die Strecke l folgender Ausdruck:

$$l = a \cdot \exp\left(\frac{E_{Des} - E_{Diff}}{k_B T_S}\right). \quad (2.17)$$

Aufgrund $E_{Des} > E_{Diff}$ (E_{Des} ist die Desorptionsenergie) folgt, dass die Strecke l größer als a ist und somit auch größer als der Abstand zwischen den Kinken. Danach breiten sich die Stufen über die Anlagerung von Adatomen an den Kinken aus (Kinkenwachstum). Geschieht dies langsamer als die Bildung neuer Terrassen, findet Inselwachstum statt. Zudem können die Adatome durch Diffusion von einer

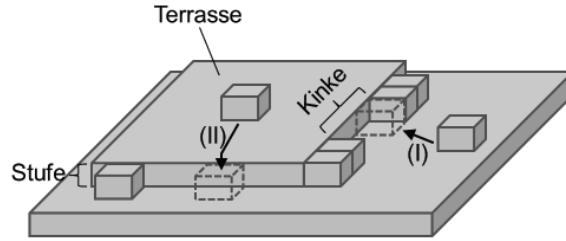


Abb. 2.8: Schematische Darstellung des Schichtwachstums auf Terrassen, wobei die Anlagerung von Adatomen an energetisch bevorzugten Stellen wie Kinken (I) und Stufen (II) stattfindet.

höheren zu einer tieferen Terrasse gelangen und damit zum Stufenwachstum beitragen. Voraussetzung hierfür ist, dass zum einen die Terrassenlänge kleiner als die Diffusionslänge l ist und zum anderen E_{Diff} größer als die Aktivierungsenergie zur Überwindung der Stufenkante (Ehrlich-Schwöbel-Barriere) ist.

Die Desorptionsenergien E_{Des} liegen für eine GaN-Oberfläche bei rund 6 eV für Stickstoff und bei 2,5 eV für Gallium [54]. Die Aktivierungsenergien für den Diffusionsprozess E_{Diff} sind, wie bereits erwähnt, geringer und betragen entlang einer GaN-Oberfläche etwa 1,5 eV für Stickstoff und 0,2 eV für Gallium [54]. Die Stimulation der Oberflächendiffusion kann zum einem thermisch und zum anderem ballistisch induziert werden (ballistisch induzierte Mobilität siehe Abschnitt 2.1). Bei der thermisch induzierten Oberflächendiffusion wird die Mobilität der Adatome hauptsächlich durch die Substrattemperatur bestimmt, wobei zu beachten ist, dass die Teilchen beim Auftreffen auf die Oberfläche bereits Energie besitzen. Die Diffusion wird thermisch aktiviert, sodass sich bei einer typischen Substrattemperatur von 700 °C gemäß Gl. 2.15 Diffusionslängen von rund 2 nm für Galliumadatome und 0,3 nm für Stickstoffadatome ergeben [55].

2.4 Experimenteller Aufbau

2.4.1 Anlage zur ionenstrahlgestützten Deposition

Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten GaN-Schichten, wurden in der in Abb. 2.9 schematisch dargestellten Anlage hergestellt. Die IBA-MBE-Anlage besteht aus vier

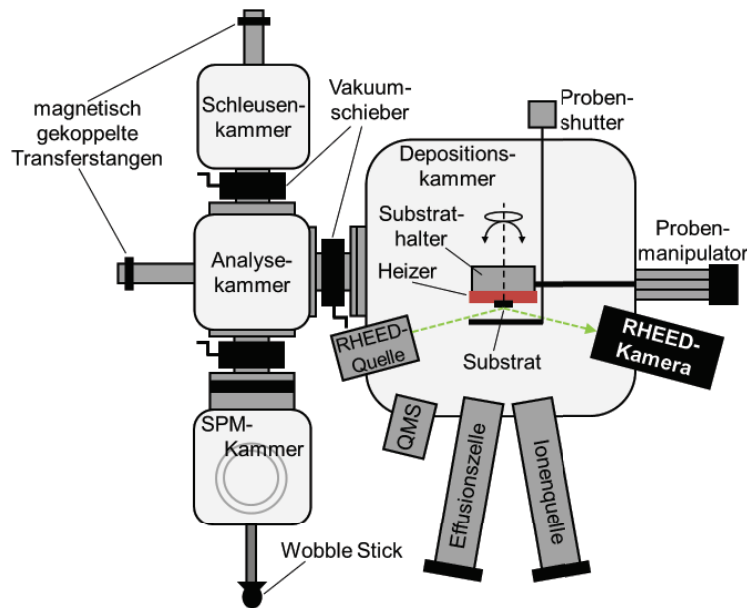


Abb. 2.9: Schematische Darstellung der IBA-MBE-Anlage. Hierbei bezeichnen die Abkürzungen RHEED die Reflexionsbeugung hochenergetischer Elektronen bei Reflexion, QMS das Quadrupolmassenspektrometer und SPM die Rastersondenmikroskopie. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die angeschlossenen Vakuumpumpen nicht mit eingezeichnet.

separat gepumpten und durch Vakuumschieber voneinander trennbaren Kammern.

Schleusenkammer

Die Schleusenkammer ermöglicht das Ein- und Ausschleusen der Proben, ohne das Vakuum der anderen Kammern zu unterbrechen. Sie besitzt eine Stickstoffzuleitung zur Belüftung und ein eigenes Pumpsystem zur Evakuierung. Mittels einer magnetisch gekoppelten Transferstange können die Proben in die benachbarte Analysekammer transferiert werden.

Analysekammer

In der Analysekammer (Basisdruck: $< 3 \times 10^{-7}$ Pa) können die Proben vor oder direkt nach der Abscheidung, ohne Unterbrechung der UHV-Bedingungen (*in vacuo*), mittels Beugung niederenergetischer Elektronen (LEED) und Auger-Elektronen-Spektrometrie (AES) (siehe Abschnitt 2.6.2) untersucht werden. Dadurch ist es möglich, die Oberflächenstruktur und Oberflächenzusammensetzung der Substrate nach der jeweiligen Behandlung und der hergestellten GaN-Schichten zu charak-

terisieren. Direkt an der Analysekammer befindet sich eine weitere Kammer, die Rastersondenmikroskopie-Kammer (SPM-Kammer), zur *in vacuo* Untersuchung der Oberflächentopografie mittels Rastertunnelmikroskopie (STM) und Rasterkraftmikroskopie (AFM, siehe Abschnitt 2.6.4). Zudem befinden sich in bzw. an der Analysekammer ein Manipulator und eine weitere magnetisch gekoppelte Transferstange, womit die Proben in die Depositionskammer transferiert werden können.

Depositionskammer

In der Depositionskammer (Basisdruck: $< 3 \times 10^{-7}$ Pa) ist relativ mittig der Probenhalter mit Manipulator angebracht, über den die Probe indirekt mittels einer flächigen Glühwendel aus Tantal bis ca. 950 °C geheizt werden kann. Die Temperatur wird über ein zum Probenhalter nahe angebrachtes Thermoelement gemessen und mit Hilfe eines PID-Reglers konstant gehalten. Die Temperaturmessung erfolgte mit einer Messgenauigkeit von ± 20 °C. Gleichzeitig erlaubt der Probenmanipulator eine Translation in alle drei Raumrichtungen und eine Rotation um zwei Achsen, sodass die Probe optimal für die Abscheidung und die Analyse mittels Reflexionsbeugung hochenergetischer Elektronen (RHEED, siehe Abschnitt 2.6.1) ausgerichtet werden kann. Weiterhin ist seitlich am Probenhalter ein Faraday-Becher befestigt, um den Ionenstrom aus der Ionenquelle zu überwachen und um eine korrekte Ausrichtung der Ionenquelle zu gewährleisten.

Am Boden der Kammer ist die Effusionszelle zum thermischen Verdampfen von Gallium, sowie die Stickstoff-Hohlenoden-Plasmaquelle zur Generierung der hyperthermischen Stickstoffionen, welche beide auf den Probenhalter ausgerichtet sind, angebracht. In der Effusionszelle (Abb. 2.10a) wird flüssiges Gallium in einem Bornitridtiegel auf Temperaturen im Bereich von 960 - 1050 °C erhitzt, um einen ausreichenden Galliumfluss auf die Probe zu erzeugen (kinetische Energie der Galliumteilchen: ca. 0,2 eV). Die Temperatur des Tiegels wird über ein Thermoelement überwacht und über einen PID-Regler gesteuert. Die Variation des Galliumflusses erfolgt über die Temperatur der Effusionszelle (siehe Abb. 2.10b), wobei Galliumdepositionsflüsse

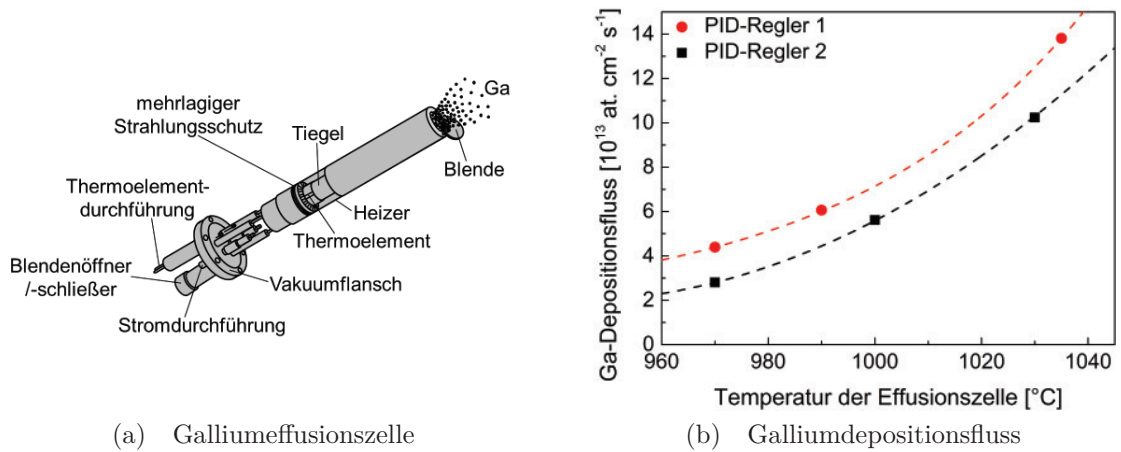


Abb. 2.10: Schematische Darstellung der Galliumeffusionszelle und Galliumdepositionsfluss in Abhängigkeit von der Temperatur der Effusionszelle. Bei den Depositionsprozessen kamen zwei PID-Regler zum Einsatz, wobei bei der Verwendung von PID-Regler 2 ein systematisch kleinerer Galliumfluss als bei PID-Regler 1 vorherrschte.

von $0,5 - 2,0 \times 10^{14}$ Atome $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$ bei eingeschalteter Stickstoffionenquelle (N_2 -Fluss: 12 sccm, Partialdruck in der Depositionskammer: 8×10^{-2} Pa) erreicht werden können. Die Bestimmung des Galliumdepositionsflusses erfolgte indirekt über die mit Röntgenstrahl-Reflektometrie (XRR, siehe Abschnitt 2.6.3) ermittelte Schichtdicke. Hierbei wurden GaN-Schichten bei verschiedenen Effusionszellentemperaturen hergestellt, sodass sich mit den bereits bekannten Größen XRR-Schichtdicke, atomare GaN-Dichte ($8,78 \times 10^{22}$ Atome cm^{-3}) und Depositionsdauer, ein Galliumdepositionsfluss gemäß der Formel

$$\text{Ga-Depositionsfluss} = \frac{\text{XRR-Schichtdicke} \cdot \text{GaN-Dichte}}{2 \cdot \text{Depositionsdauer}}$$

bestimmen ließ (Voraussetzung: keine Desorption von Galliumatomen).

Die hyperthermischen Stickstoffionen ($E_{kin} \leq 25$ eV), welche für das GaN-Wachstum benötigt werden, wurden in einer Hohlanoden-Plasmaquelle („hollow-anode constricted glow discharge plasma-source“) erzeugt [5, 56, 57]. Die Quelle basiert auf einer DC-Glimmentladung, die durch das Anlegen einer Spannung (450 - 800 V) zwischen Anode und Kathode entsteht. Der schematische Aufbau der Hohlanoden-Plasmaquelle ist in Abb. 2.11 dargestellt. Es handelt sich im Wesentlichen um zwei ineinander

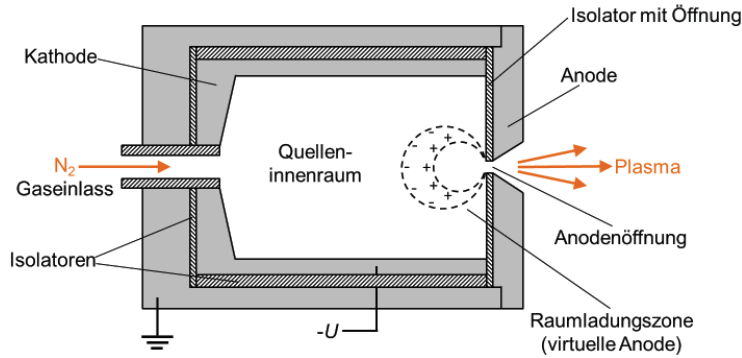


Abb. 2.11: Schematischer Aufbau der Stickstoff-Hohlenoden-Plasmaquelle (Aufbau wurde aus [56] entnommen).

gesetzte Stahlzylinder, welche durch einen Keramikzylinder voneinander isoliert sind. Der so gebildete Hohlraum wird an der Oberseite durch eine Aluminiumplatte abgedeckt, welche innen durch eine Keramikplatte aus Aluminiumnitrid isoliert und mit einer kleinen runden Öffnung versehen ist. Dabei bildet der äußere Zylinder zusammen mit der Abdeckung die Anode und der innere Zylinder die Kathode. Wird nun eine Spannung zwischen den beiden Zylindern angelegt, kommt es bei ausreichend hohen Gasdrücken im Quelleninneren zu einer eingeschnürten Glimmentladung. Aufgrund der Isolierung wirkt nur die kleine Öffnung als aktiver Anodenteil, sodass im Bereich um die Anodenöffnung hohe elektrische Feldstärken auftreten. Folglich kommt es dort zur besonders effektiven Stoßionisation und Dissoziation des molekularen Stickstoffs. Das auf diese Weise gebildete Plasma kann die Quelle durch die kleine Anodenöffnung verlassen, wobei dieses aufgrund des hohen Druckunterschieds zwischen Depositionskammer und Quelleninneren durch die Öffnung gedrückt wird, sodass ein zur Probe gerichteter Plasmafluss entsteht. Das Plasma enthält neben N^+ - und N_2^+ -Ionen auch hyperthermische Neutralteilchen, wobei die Maxima der Energieverteilungen im Bereich von 4-6 eV und 15-16 eV liegen [56]. Ionen mit Energien von über 25 eV treten nicht aus der Quelle aus. Die Quelle wurde mit einem N_2 -Gasfluss von 12 sccm und einem konstanten Entladestrom von 100 mA betrieben, woraus ein Stickstoffionenfluss von $1,6 \times 10^{14}$ Ionen $cm^{-2} s^{-1}$ am Ort der Probe resultierte.

2.5 Probenherstellung

Das epitaktische Wachstum der GaN-Schichten wurde auf verschiedenen Substratmaterialien realisiert:

Si(111) und Si(100): Da Silizium aufgrund seines vielfältigen Einsatzes ein attraktives Substratmaterial darstellt, wurden im ersten Teil der Arbeit epitaktische GaN-Schichten auf (111)- und (100)-orientiertem Silizium abgeschieden. Dabei kam oftmals eine dünne Zwischenschicht aus Siliziumnitrid zum Einsatz und es wurden teilweise bereits vorstrukturierte Si(111)-Substrate verwendet.

6H-SiC(0001): Die GaN-Schichten, welche im zweiten Teil der Arbeit mit hohen Fluenzen und bei unterschiedlichen Temperaturen mit hyperthermischen Stickstoffionen bestrahlt wurden, wurden zuvor auf superpolierten 6H-SiC-Substraten deponiert. Die Wachstumsparameter wurden so gewählt, dass ein zweidimensionales Lagenwachstum stattfindet, damit die GaN-Schichten eine möglichst geringe Oberflächenrauheit vor der Ionenbestrahlung besaßen.

2.5.1 Substratmaterialien

Si(111) und Si(100)

Silizium ist im Gegensatz zu SiC ein sehr kosteneffizientes Substratmaterial, welches zudem leicht verfügbar und Basis vieler elektronischer Anwendungen ist. Aus diesen Gründen ist es von großem Interesse, Silizium als Substrat für das epitaktische Wachstum von GaN einzusetzen. Jedoch gibt es sehr viele Komplikationen bei diesem Prozess, sodass Silizium bis heute nur sehr eingeschränkt industriell als Substratmaterial für GaN-Epitaxieschichten eingesetzt werden kann [13].

1. Da Silizium eine Gitterkonstante von $a = 0,357 \text{ nm}$ [58] besitzt, beträgt die Gitterfehlانpassung zwischen Substrat und GaN-Schicht etwa -17%. Dadurch kann es zu Verspannungen in den GaN-Schichten kommen.
2. Der thermische Ausdehnungskoeffizient von Silizium ist mit $2,59 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [59]

bei RT nur etwa halb so groß wie der von GaN (siehe Tab. 1.1). Durch diese hohe Abweichung kann es beim Abkühlprozess zu tensilen Verspannungen und aufgrund dessen zu Rissen, insbesondere in dicken Schichten, kommen.

3. Gallium weist gegenüber einer Siliziumoberfläche schlechte Benetzungseigenschaften auf [60], wodurch die GaN-Schichten von Wachstumsbeginn an nicht geschlossen wachsen.
4. Silizium ist ab einer Temperatur von 400 °C in flüssigem Gallium löslich. Dadurch werden Löcher in die Siliziumoberfläche entlang der {111}- und {100}-Kristallebenen geätzt („melt-back etching“) [61, 62]. Dieser Effekt zerstört die Siliziumoberfläche für das anschließende GaN-Wachstum.

Zur Überwindung dieser Schwierigkeiten, kamen in der vorliegenden Arbeit verschiedene ionenstrahlbasierte Techniken zum Einsatz. Zum einen wurden die Siliziumoberflächen mit hyperthermischen Stickstoffionen bestrahlt, um eine dünne Zwischenschicht aus Siliziumnitrid (SiN_x) herzustellen, die die Oberfläche vor dem direkten Kontakt mit Gallium schützen soll. Gleichzeitig kann diese Zwischenschicht zur Reduzierung von Verspannungen und zur Kompensation der Gitterfehlانpassung dienen. Zum anderen wurden einige Siliziumoberflächen mit einem Kryptonionenstrahl vorstrukturiert, um eine bessere Benetzung der Oberfläche zu erzielen.

Die Vorbehandlung der Siliziumsubstrate wird in Kapitel 3 zusammen mit dem Optimierungsprozess genauer erläutert. Ein wichtiger Punkt bei der Vorbehandlung war das Erreichen einer Oberflächenrekonstruktion, damit für die anschließende Stickstoffionenbestrahlung eine möglichst saubere und sauerstofffreie Oberfläche vorlag.

6H-SiC(0001)

Die verwendeten superpolierten 6H-SiC(0001)-Substrate (NOVASiC) besitzen im Vergleich zu „normal“ polierten 6H-SiC-Substraten eine sehr glatte Oberfläche (RMS-Rauheit $\leq 0,2 \text{ nm}$) mit Siliziumpolarität [63]. Die 6H-Modifikation von SiC zeichnet

sich durch eine hexagonale Struktur mit den Gitterparametern $a = 0,308 \text{ nm}$ und $c = 1,512 \text{ nm}$ aus. Die Kohlenstoff-Silizium-Doppellagen sind in der Stapelfolge AB-CACB... angeordnet [64]. Unter Berücksichtigung der Gitterparameter für w-GaN und z-GaN (Tab. 1.1) ergibt sich eine Gitterfehlانpassung $\frac{a_{\text{Schicht}} - a_{\text{Substrat}}}{a_{\text{Substrat}}}$ zwischen Schicht und Substrat von 3,54 % bei RT. Aufgrund dieser niedrigen Gitterfehlانpassung und der Tatsache, dass keine Pufferschichten eingesetzt werden müssen, eignet sich 6H-SiC besonders gut als Substratmaterial für das GaN-Schichtwachstum. Der einzige Nachteil ist, dass SiC durch den aufwendigen Herstellungsprozess und die notwendige superpolierte Oberfläche ein kostenintensives Substratmaterial ist.

Üblicherweise wächst GaN auf 6H-SiC(0001) hexagonal, wobei c-Achsen-Orientierung vorliegt (w-GaN(0001) || 6H-SiC(0001)) und die a-Achsen von w-GaN parallel zu denen des Substrats liegen (w-GaN[2 $\bar{1}\bar{1}$ 0] || 6H-SiC[2 $\bar{1}\bar{1}$ 0]). Zusätzlich wurde das Vorhandensein der kubischen GaN-Phase beobachtet, wobei diese verzwillingt auftrat und meist in den Schichtregionen nahe am Substrat zu finden war [55, 65]. Das Auftreten des kubischen GaNs war jedoch meist auf diese Region begrenzt, sodass die Schichten hauptsächlich aus hexagonalem GaN bestanden.

Die superpolierten 6H-SiC-Substrate wurden zunächst für einige Minuten im Ultraschallbad in Isopropanol gereinigt und mit trockenem Stickstoff abgeblasen. Daraufhin wurden die Substrate auf den Probenhalter montiert und in das UHV-System eingeschleust, wo sie anschließend in der Depositionskammer für etwa 20 min auf 750 °C zum Ausgasen geheizt wurden. Danach konnte direkt mit dem Depositionsprozess begonnen werden.

2.5.2 Schichtdeposition

Da bisher keine Wachstumsexperimente von GaN auf Silizium mit dem IBA-MBE-Verfahren durchgeführt wurden, mussten die optimalen Wachstumsparameter zunächst experimentell bestimmt werden. Hierfür wurden bei konstanter Substrattemperatur verschiedene I/A-Verhältnisse zwischen 1,6 und 6,7 eingestellt und anschließend die kristalline Qualität der Schichten überprüft. Da der Stickstoffionenfluss konstant

ist, musste eine Variation des I/A-Verhältnisses über den Galliumfluss erfolgen. Weiterhin wurde bei konstantem I/A-Verhältnis die Substrattemperatur während des Wachstums im Bereich von 650 °C bis 750 °C variiert, um zu ermitteln, wie sich dieser Parameter auf das Wachstum auswirkt. Nähere Informationen dazu sind Kapitel 3 zu entnehmen.

Für die Ionenbestrahlungsexperimente an GaN-Oberflächen, wurden GaN-Schichten mit identischen Depositionsparametern auf superpolierten 6H-SiC(0001)-Substraten abgeschieden. Um möglichst glatte, zweidimensional gewachsene GaN-Schichten mit einer geringen Oberflächenrauigkeit zu erhalten, wurde ein I/A-Verhältnis von 1,6 und eine Substrattemperatur von 700 °C ausgewählt [55]. In diesem Fall betrug der Galliumfluss $8,8 \times 10^{13} \text{ Atome cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Nach einer Depositionsdauer von etwa 60 min standen weitgehend geschlossene, zweidimensional gewachsene GaN-Schichten mit einer Schichtdicke von ca. 70 nm für die Bestrahlungsexperimente zur Verfügung (siehe Kapitel 4).

2.6 Analysemethoden

2.6.1 Reflexionsbeugung hochenergetischer Elektronen

Mittels der Reflexionsbeugung hochenergetischer Elektronen (RHEED) konnte die kristalline Oberflächenstruktur der GaN-Schichten *in situ* während des Wachstums beobachtet werden. Hierfür befindet sich ein RHEED-System direkt an der Depositionskammer (schematischer Aufbau siehe Abb. 2.12a). Von der Elektronenkanone werden beschleunigte Elektronen emittiert, welche anschließend die Probenoberfläche unter einem Winkel von ca. 2° treffen. Aufgrund des kleinen Einfallswinkels besitzen die Elektronen eine sehr geringe Eindringtiefe (2-3 Monolagen), sodass der Elektronenstrahl im Wesentlichen an der Oberfläche und an oberflächennahen Strukturen gebeugt werden kann. Anschließend trifft der gebeugte Elektronenstrahl auf einen fluoreszierenden Schirm, sodass das entstandene Interferenzbild sichtbar wird, welches anschließend über eine CCD-Kamera in den Auswertecomputer eingelesen wird.

Die Interferenzmaxima treten unter dem Beugungswinkel θ gemäß der Bragg-Bedingung

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad (2.18)$$

auf. Hierbei bezeichnet d_{hkl} den Netzebenenabstand mit den Millerschen Indizes hkl , n die Beugungsordnung und λ die Wellenlänge. Für die De-Broglie-Wellenlänge λ_B

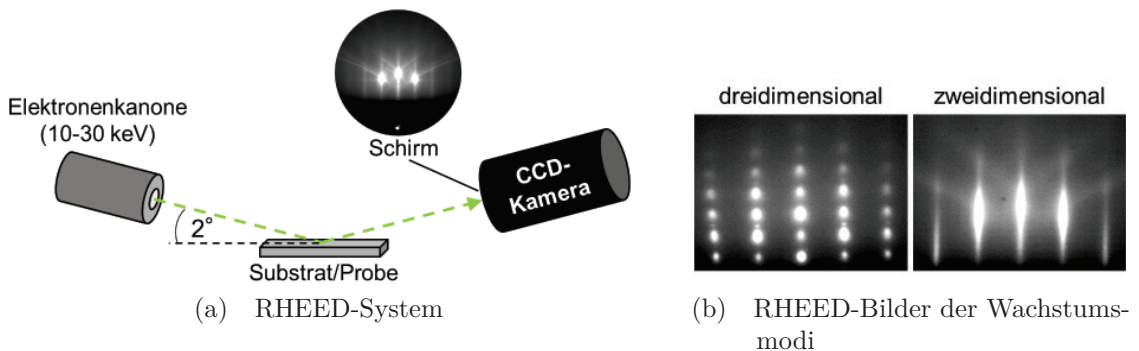


Abb. 2.12: Schematischer Aufbau des *in situ* RHEED-Systems zur Charakterisierung der Oberflächenstruktur und jeweils ein Beispiel für ein Beugungsbild einer dreidimensional und einer zweidimensional gewachsenen GaN-Schicht (Elektronenstrahl parallel zur w-GaN[11 $\bar{2}$ 0]-Richtung).

der verwendeten Elektronen gilt

$$\lambda_B = \frac{h}{p}, \quad (2.19)$$

wobei h das Plancksche Wirkungsquantum und p der Impuls ist. Unter Verwendung der relativistischen Impulsbeziehung $E = p^2 c^2 + E_0^2$ mit $E = E_0 + eU_B$ und $E_0 = m_0 c^2$ (U_B ist die Beschleunigungsspannung des RHEED-Systems) ergibt sich für die De-Broglie-Wellenlänge λ_B folgender Ausdruck:

$$\lambda_B = \frac{h}{\sqrt{2m_0 e U_B}} \left(\sqrt{1 + \frac{e U_B}{2m_0 c^2}} \right)^{-1}. \quad (2.20)$$

Da die De-Broglie-Wellenlänge die minimale Größe der zu untersuchenden Objekte bestimmt und bei den hier verwendeten 30 kV Beschleunigungsspannung etwa 7 pm beträgt, liegt dieser Wert unter den Netzebenenabständen (≤ 276 pm) in den GaN-Schichten.

Das während der Schichtabscheidung beobachtbare RHEED-Beugungsbild liefert Aussagen über das Vorhandensein von hexagonalem und kubischem GaN und gibt zudem Aufschluss über den Wachstumsmodus. Dreidimensionales Wachstum führt zu voneinander separierten, punkartigen Reflexen im Beugungsbild (Abb. 2.12b, links), wobei anhand der Anordnung der Punkte eine Unterscheidung zwischen hexagonalem und kubischem GaN möglich ist. Der Elektronenstrahl muss hierfür parallel zur $[11\bar{2}0]$ -Richtung des c-Achsen-orientierten w-GaNs bzw. parallel zur $[1\bar{1}0]$ -Richtung des (111)-orientierten z-GaNs ausgerichtet sein. Im Falle des zweidimensionalen Wachstums sind streifenförmige Beugungsreflexe im RHEED-Bild zu erkennen (Abb. 2.12b, rechts), welche jedoch keine Unterscheidung zwischen den einzelnen GaN-Polytypen zulassen.

2.6.2 Auger-Elektronen-Spektrometrie und Beugung niederenergetischer Elektronen

Zur Untersuchung der chemischen Zusammensetzung stand ein Vier-Gitter-AES/LEED-System zur Verfügung, womit die Probenoberflächen ohne Unterbrechung

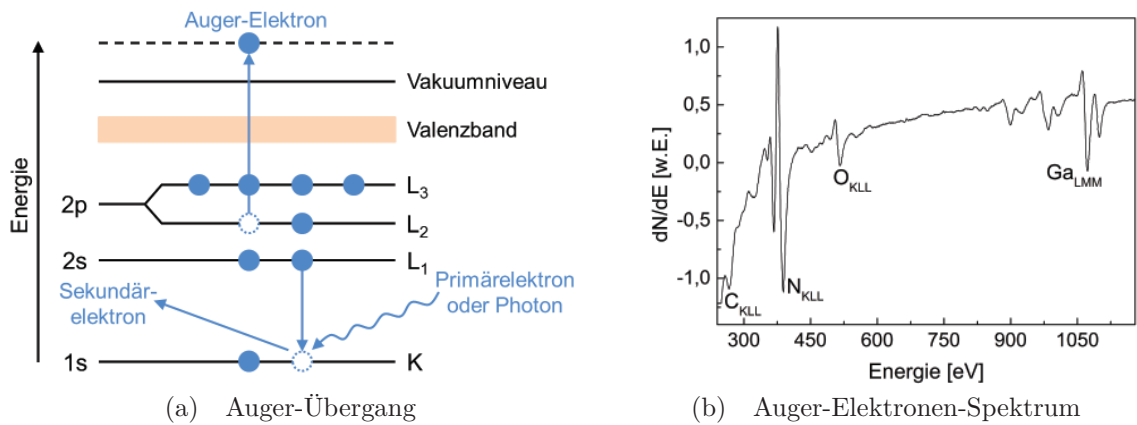


Abb. 2.13: Schematische Darstellung eines Auger-Übergangs (hier KL_1L_2) im Atom und eine Beispielmessung für eine frisch deponierte GaN-Schicht.

der UHV-Bedingungen (*in vacuo*) analysiert werden konnten. Durch den Elektronenbeschuss werden bei der Auger-Elektronen-Spektrometrie (AES) Elektronen aus tieferen Schalen der Oberflächenatome herausgeschlagen und als Sekundärelektronen emittiert. Die entstandenen freien Zustände werden von Elektronen aus höheren Schalen besetzt, wobei die frei werdende Energie entweder in Form von Röntgenphotonen abgegeben oder von weiteren Elektronen des selben Atoms absorbiert werden kann, welche daraufhin die Atome verlassen können (siehe Abb. 2.13a). Diese Elektronen werden Auger-Elektronen genannt und haben eine für das Atom charakteristische kinetische Energie, wodurch sie Rückschlüsse auf die chemische Zusammensetzung der Probenoberfläche zulassen. Typischerweise liegen die Energien dieser Auger-Elektronen im Bereich zwischen 50 eV und der verwendeten Anregungsenergie (hier 2,5 keV). Die Anzahl der detektierten Auger-Elektronen, korrigiert mit einem elementabhängigen Gewichtungsfaktor, spiegelt die Konzentration der jeweiligen Atome an der Probenoberfläche wieder.

Zur Aufnahme eines Auger-Elektronen-Spektrums werden die von der Kathode emittierten monochromatischen Primärelektronen (Energie: 2,5 keV) fokussiert und senkrecht auf die Probe gestrahlt. Die austretenden Auger-Elektronen werden nach dem Passieren eines Satzes von vier konzentrischen, sphärischen Gittern mit Hilfe eines Leuchtschirms detektiert. Dabei liegen die beiden inneren Gitter auf einer negativen Gegenspannung U_G , wobei durch deren Variation nur Auger-Elektronen

mit einer Energie größer als $E_G = eU_G$ detektiert werden. Das auf diese Weise erhaltene Auger-Signal $\int_{E_G}^{\infty} N(E)dE$ liefert durch zweifache Differentiation (durch Einsatz eines Lock-In-Verstärkers realisiert) das Auger-Elektronen-Spektrum (Abb. 2.13b).

Mittels der Beugung niederenergetischer Elektronen (LEED) konnte die kristalline Oberflächenstruktur der Proben charakterisiert werden. Die von der Kathode emittierten Elektronen werden auf definierte niedrige Energien zwischen 50 eV und 200 eV beschleunigt und auf die Probe fokussiert. Die entsprechende De-Broglie-Wellenlänge λ_B kann mit der Formel

$$\lambda_B = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2mE}} \quad (2.21)$$

berechnet werden (relativistische Effekte sind vernachlässigbar). E bezeichnet dabei die kinetische Energie der Elektronen und m die Elektronenmasse. Daraus ergibt sich für den oben genannten Energiebereich (50 - 200 eV) eine De-Broglie-Wellenlänge von 90 - 170 pm, die unterhalb der Netzebenenabstände (≤ 276 pm) von GaN liegt. Das Interferenzbild der an der Probenoberfläche gebeugten Elektronen wird nach Beschleunigung dieser gebeugten Elektronen auf einem Leuchtschirm sichtbar gemacht (siehe Abb. 2.14). Das entstandene Interferenzbild ist eine Projektion des reziproken Gitters der Probenoberfläche, dessen Schärfe und Intensität Aussagen über die kristalline Qualität der Probe liefert. Wegen der geringen Eindringtiefe der Elektronen

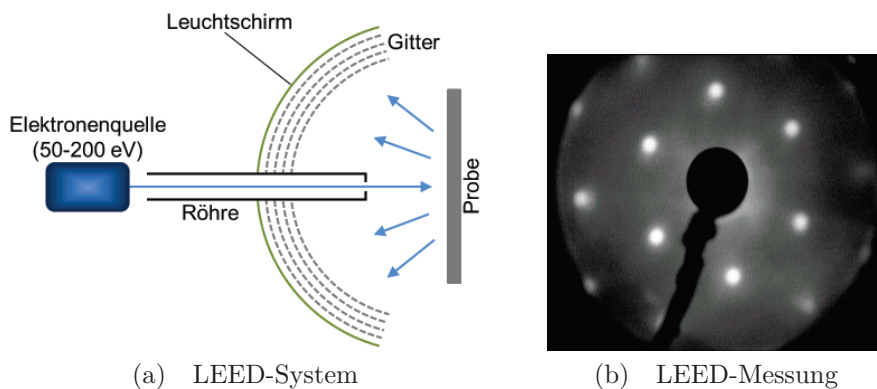


Abb. 2.14: Schematischer Aufbau des LEED-Systems mit einer LEED-Messung einer hexagonalen c-Achsen-orientierten GaN-Schicht (gemessen mit 150 eV Elektronen).

(< 1 nm) handelt es sich um ein sehr oberflächensensitives Verfahren, welches in der vorliegenden Arbeit hauptsächlich zur Überprüfung der kristallinen Qualität der rekonstruierten Siliziumoberflächen herangezogen wurde.

2.6.3 Röntgenstrahl-Diffraktometrie/-Reflektometrie

Röntgenstrahlung besitzt im Gegensatz zu den Elektronen bei RHEED und LEED eine höhere Eindringtiefe, sodass nicht nur oberflächennahe Bereiche, sondern die gesamte dünne GaN-Schicht bis hin zum Substrat untersucht werden kann. Für die Röntgenstrahl-Diffraktometrie- (XRD) bzw. Röntgenstrahl-Reflektometrie-Messungen (XRR) der GaN-Schichten, die auf 6H-SiC(0001)-Substraten deponiert wurden, wurde ein hochauflösendes Diffraktometer des Typs Seifert XRD 3003 PTS verwendet. Die durch eine Kupfer-Anode erzeugte Röntgenstrahlung wird mittels eines Multilagen-Gradientenspiegels parallelisiert, wobei mit Hilfe eines zweifachen Kristallmonochromators (Anordnung aus zwei Ge(220)-Einkristallhälften, an denen die Röntgenstrahlung gebeugt wird) die Cu-K α_1 -Linie (Wellenlänge $\lambda = 0,15406$ nm) aus dem Spektrum selektiert wird. Das parallele und monochromatisierte Strahlenbündel trifft anschließend unter dem Winkel θ (bzw. ω) auf die Probe, wo es unter Erfüllung der Bragg-Bedingung (Gl. 2.18) zur Beugung an den Kristallebenen kommt. Das gebeugte Strahlenbündel durchläuft danach ein Blendensystem, das die Divergenz des Strahls für die präzise Winkelbestimmung beschränken soll, bevor es letztendlich auf den Szintillationsdetektor trifft. Die gebeugte Röntgenstrahlung wird dabei unter dem Winkel 2θ im Bezug auf die Primärstrahlrichtung detektiert. Die Probe selbst kann um drei Achsen gedreht werden (ω , χ , φ) und der Detektor kann um die Probe entlang des Diffraktometerkreises bewegt werden (siehe Abb. 2.15). Bei der Röntgenstrahlbeugung gibt es verschiedene Möglichkeiten, die einfallende Strahlung, Probe und Detektor zueinander zu orientieren, wodurch sich folgende Standardmessverfahren ergeben:

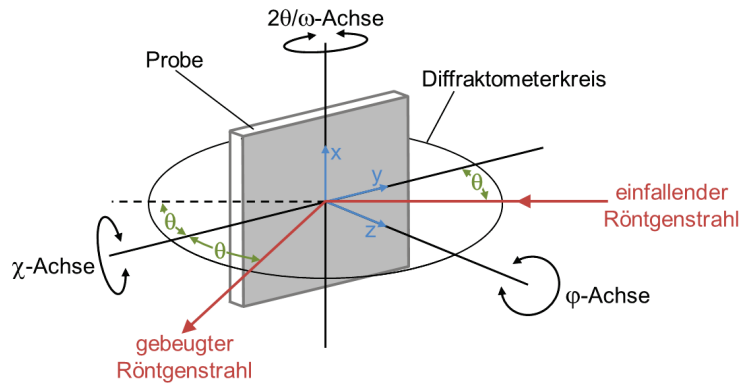


Abb. 2.15: Schematische Darstellung der Strahlgeometrie und Bezeichnung der Achsen des Röntgenstrahl-Diffraktometers.

$\theta/2\theta$ -Messung

Bei diesem Messmodus befindet sich der Detektor bei einem Winkel von 2θ bezüglich der einfallenden Röntgenstrahlung. Probe und Detektor werden simultan so bewegt, dass die Verbindungsline zwischen Probe und Detektor genau den Winkel 2θ einschließt (die Probe bewegt sich um die ω -Achse ($\omega = \theta$) und der Detektor bewegt sich mit der doppelten Winkelgeschwindigkeit). Sobald die Bragg-Bedingung für eine bestimmte Netzebene erfüllt ist (Netzebenennormale = Reflexionsachse), entsteht ein für die untersuchte Probe charakteristisches Beugungsmaximum (auch „Peak“ genannt). Die detektierte gebeugte Röntgenstrahlung stammt hierbei nur von Kristalliten, die genau diese Bedingung erfüllen, sodass die gemessene Peakintensität vom Volumenanteil dieser Kristallite abhängig ist. Anhand der Winkellage der Peaks im $\theta/2\theta$ -Beugungsdiagramm kann der entsprechende Netzebenenabstand bestimmt werden und es kann ermittelt werden, welche kristallinen Orientierungen in der dünnen Schicht vorhanden sind. Abbildung 2.16a zeigt eine $\theta/2\theta$ -Messung einer c-Achsen-orientierten w-GaN-Schicht auf einem 6H-SiC(0001)-Substrat.

Rockingkurve

Mit einer Rockingkurvenmessung (RC), auch ω -Scan genannt, kann die Orientierungsverteilung der verschiedenen Kristallite um eine bestimmte Kristallrichtung (Mosaizität) gemessen werden. Probe und Detektor werden so orientiert, dass für

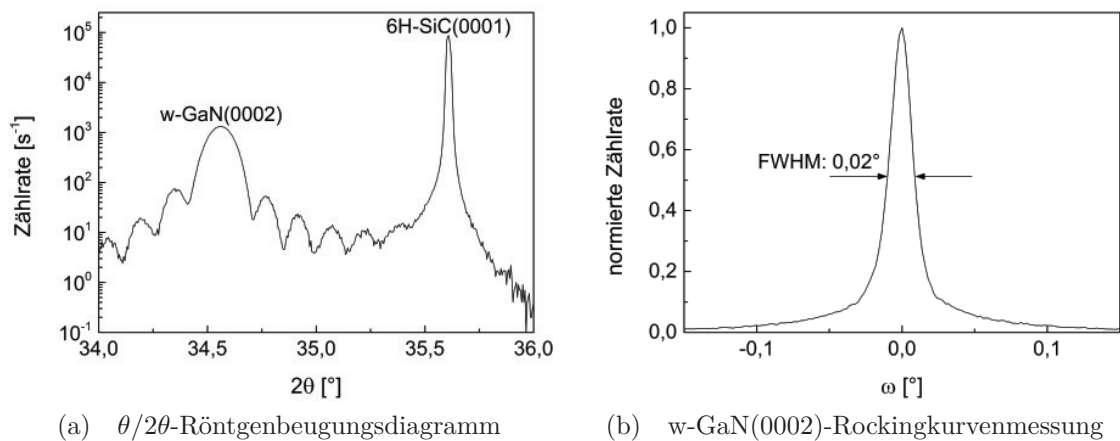


Abb. 2.16: Beispielmessungen für ein $\theta/2\theta$ -Beugungsdiagramm und eine w-GaN(0002)-Rockingkurve einer c-Achsen-orientierten hexagonalen GaN-Schicht, die auf ein 6H-SiC(0001)-Substrat deponiert wurde. Die Abkürzung FWHM bezeichnet die Halbwertsbreite der Rockingkurve.

eine bestimmte Gitterebnenschar die Bragg-Bedingung erfüllt ist. Durch Variation des Winkels ω wird diese Bedingung auch für fehlorientierte Kristallite erfüllt, sodass sich in der Messung ein Peak mit einer gewissen Breite ergibt. Dieser Peak wird als Rockingkurve (siehe Abb. 2.16b) bezeichnet, dessen Halbwertsbreite (FWHM) ein Maß für die Verkipfung der Kristallite um die eingestellte Kristallrichtung und damit für die kristalline Qualität der Probe ist.

φ -Messung

Bei der azimuthalen φ -Messung wird bei einem festen Winkel ω und einem festen Detektorwinkel 2θ die Beugungsintensität in Abhängigkeit des Azimutalwinkels φ ($0-360^\circ$) gemessen. Hierfür wird der Beugungsreflex der gewünschten Netzebenen-schar fest eingestellt, sowie ein geeigneter Kippwinkel χ ausgewählt. Die auf diese Weise erhaltene φ -Messung (Abb. 2.17a) liefert Aussagen über das Vorhandensein von hexagonalem und kubischem GaN und über die mittlere Verdrehung der Kristallite. Durch Messung vieler aufeinanderfolgender φ -Scans bei schrittweise variiertem Kippwinkel χ ($0-90^\circ$) wird eine **Polfigur** erhalten. Anschaulich wird die sich über der Probe befindliche Halbkugel, mit der Probe im Zentrum, nach Positionen abgesehen, an denen die Bragg-Bedingung für den ausgewählten Reflex erfüllt ist. Eine

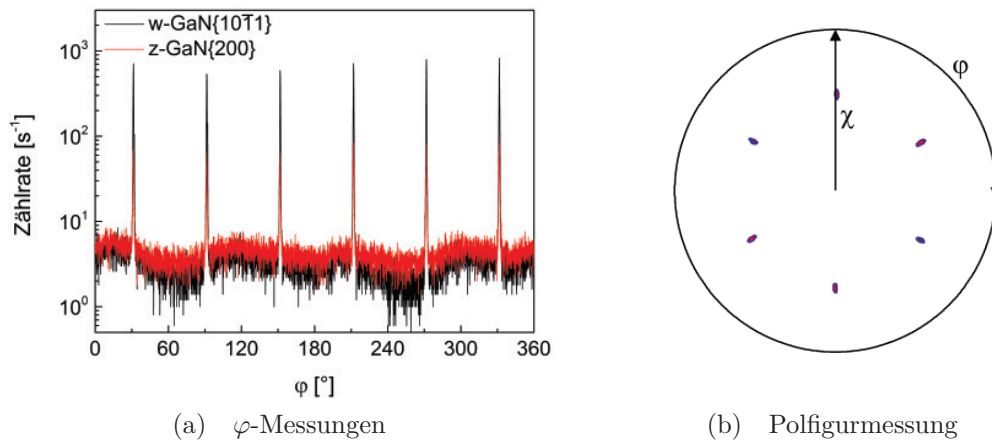


Abb. 2.17: ϕ -Messungen für die hexagonale $\{10\bar{1}1\}$ - und die kubische $\{200\}$ -Reflexfamilie einer auf 6H-SiC(0001) deponierten GaN-Schicht, sowie eine w-GaN $\{10\bar{1}1\}$ -Polfigurmessung.

solche Polfigurmessung wird üblicherweise als stereografische Projektion dargestellt, deren Projektionszentrum der Südpol der Halbkugel ist (siehe Abb. 2.17b). Durch geeignete Wahl des Bragg-Reflexes ist es möglich, Polfigurmessungen an Schicht- und Substratreflexen durchzuführen, sodass anschließend eine epitaktische Beziehung bestimmt werden kann. Weiterhin dienen Polfigurmessungen zur Ermittlung von Verkippungen und Verdrehungen der Kristallite um die Wachstumsrichtung, sowie zur Bestimmung von starken Fehlorientierungen der Kristallite. Dabei ist die Intensität der Poldichtemaxima wiederum ein Maß für den Volumenanteil der entsprechend orientierten Kristallite.

XRR-Messung

Weiterhin stand die Methode der Röntgenstrahl-Reflektometrie (XRR) zur Bestimmung der Schichtdicke und Rauheit zur Verfügung, bei der keine Beugung der Röntgenstrahlung am Kristallgitter von Relevanz ist. Die reflektierte Intensität der Röntgenstrahlung wird bei sehr kleinen Einfallswinkeln (typischerweise $0-2^\circ$) gemessen, wobei der Totalreflexionswinkel direkt proportional zur verwendeten Wellenlänge und zur Wurzel der Massendichte der Schicht ist. Die destruktive und konstruktive Interferenz der an der Ober- und Unterseite der Schicht reflektierten Röntgenstrahlen, erzeugt in der gemessenen Kurve Intensitätsminima und -maxima, die zur Ermittlung

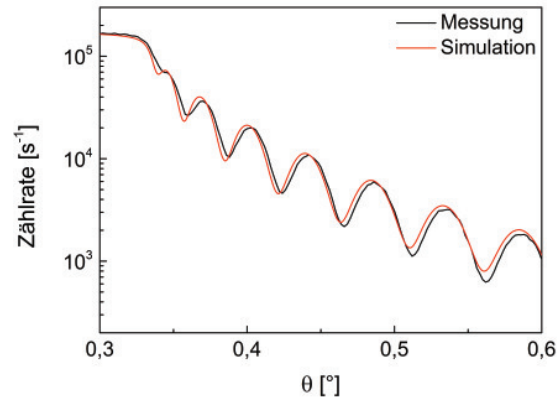


Abb. 2.18: Röntgenstrahl-Reflektometriemessung einer 69 nm dicken w-GaN-Schicht auf einem 6H-SiC(0001)-Substrat (die Massendichte betrug $5,35 \text{ g cm}^{-3}$ und die Rauheit 1 nm).

der Schichtdicke dienen (siehe Abb. 2.18). Hierfür wurde die Messkurve mittels eines geeigneten Fit-Modells (RayfleX Analyze, Firma Seifert) angepasst, wobei der winkelabhängige Abfall der gesamten Kurve und die Dämpfung der Schichtdickenoszillationen einen Wert für die Rauheit lieferte.

Für die XRD-Messungen der GaN-Schichten, die auf Si(111)- und Si(100)-Substraten deponiert wurden, wurde ein Rigaku Ultima IV Diffraktometer des Typs 3 benutzt. Dieses Diffraktometer verwendet nur parallelisierte, keine monochromatisierte Röntgenstrahlung, sodass eine höhere Intensität vorhanden ist. Dies ist insbesondere bei der Messung von dünnen Schichten mit niedrigerer kristalliner Qualität von Vorteil. Neben den oben genannten Standardmessungen bietet dieses Diffraktometer durch Hinzufügen einer zusätzlichen Goniometerachse die Möglichkeit, *in plane* Messungen durchzuführen. Dieser *in plane* Messmodus kam in der vorliegenden Arbeit nur bei den φ - und Polfigurmessungen zum Einsatz. Die anderen Messungen wurden im *out of plane* Modus gemessen. Weiterhin wurde bei den $\theta/2\theta$ - und den Rockingkurven-Messungen ein Graphit-Monochromator direkt vor dem Detektor angebracht, sodass nur der Cu-K α -Anteil detektiert wird. Zusätzlich wurden Messungen bei konstanten streifendem Einfall (sogenannte GID-Messungen) durchgeführt, wobei hier 1° als Winkel für den streifenden Einfall ausgewählt wurde. Auf diese Weise wird im Vergleich zu $\theta/2\theta$ -Messungen ein größeres Probenvolumen von den Röntgenstrahlen

durchlaufen, sodass auch Kristallite mit wenig Volumenanteil bzw. Kristallite mit einer leichten Verkipfung deutlicher in der Messung sichtbar werden.

2.6.4 Rasterkraftmikroskopie

Die Oberflächentopografie der GaN-Schichten wurde mit einem Rasterkraftmikroskop (AFM) *ex situ* im intermittierenden Kontaktmodus (auch „Tapping Mode“ genannt) charakterisiert. Zu diesem Zweck wird eine sehr feine Spitze aus Silizium, welche an einem Cantilever befestigt ist, auf die Probenoberfläche abgesenkt und mit Hilfe von Piezoelementen über deren Oberfläche bewegt. Der Cantilever ist eine sehr dünne Blattfeder mit einer Federkonstante im Bereich von $0,5 - 4,4 \text{ N m}^{-1}$. Durch das Absenken der Spitze auf die Probenoberfläche kommt es zum Verbiegen des Cantilevers, wobei die vertikale Auslenkung des Cantilevers (in z-Richtung) mittels eines Laserstrahls registriert wird. Der Laserstrahl ist dabei so auf die Oberseite des Cantilevers ausgerichtet, dass der reflektierte Strahl auf einen ortsempfindlichen Photodetektor trifft (siehe Abb. 2.19a). Der Cantilever wird nun zum Schwingen angeregt, wobei die Anregungsfrequenz (315 - 366 kHz) etwas unterhalb der Eigenfrequenz des Cantilevers liegt. Beim Annähern von Spitze und Probenoberfläche kommt es zu van-der-Waals-Wechselwirkungen zwischen den Spitzen- und Probenatomen, sodass sich die Eigenfrequenz des schwingenden Cantilevers in Richtung der Anregungs-

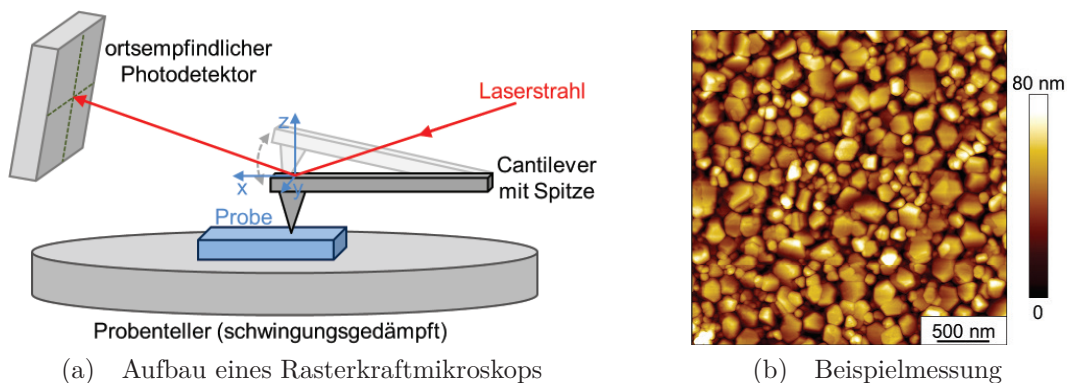


Abb. 2.19: Schematischer Aufbau eines Rasterkraftmikroskops mit einer Beispielmessung (polykristallines GaN auf Si(111)). Der Messaufbau befindet sich in einer schallisolierten Einhausung, welche auf einem schwingungsentkoppelten Fundament steht.

frequenz verschiebt. Die damit verbundene Erhöhung der Schwingungsamplitude wird mittels des an der Rückseite des Cantilevers reflektierten Laserstrahls gemessen, wobei die Spitze in jedem Schwingungsminimum die Probenoberfläche berührt. Während die Probenoberfläche abgerastert wird, wird das Amplitudensignal des Cantilevers konstant gehalten und kontinuierlich nachgeregelt. Auf diese Weise wird für jede (x,y)-Position ein Höhsignal (z-Signal) aufgenommen und mit Hilfe einer entsprechenden Software als digitale Rastergrafik dargestellt, wobei ein Rasterpunkt jeweils einem Bildpunkt (Pixel) entspricht, dessen Helligkeitswert das erhaltene Höhsignal repräsentiert (siehe Abb. 2.19b). Wegen der geringen Auflagekräfte bei der Berührung von Spitze und Oberfläche gilt die Untersuchungsmethode als weitestgehend zerstörungsfrei und liefert im Idealfall laterale Auflösungen von weniger als 1 nm. Eine wichtige Größe bei der Auswertung der auf diese Weise erhaltenen AFM-Aufnahmen war die mittlere quadratische Rauheit R_q (RMS-Rauheit), welche sich aus dem Mittel der Quadrate der Höhenabweichung berechnen lässt:

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |z_i - \bar{z}|^2}. \quad (2.22)$$

Hierbei ist n die Anzahl der Bildpunkte, z_i das entsprechende Höhsignal zum Bildpunkt und $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$ die mittlere Höhe der Oberfläche.

2.6.5 Röntgen-Photoelektronenspektroskopie

Die Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS) wurde zur Ermittlung der chemischen Zusammensetzung der Probenoberfläche eingesetzt. Bei dieser Methode wird die Probe mit Röntgenstrahlung bestrahlt, damit der photoelektrische Effekt auftritt (siehe Abb. 2.20a). Die einfallenden Photonen übertragen ihre Energie auf die Elektronen der Probenatome, welche anschließend als Photoelektronen die Probe verlassen können. Diese Photoelektronen besitzen dann die kinetische Energie

$$E_{kin} = h\nu - E_B - W_{Asp}, \quad (2.23)$$

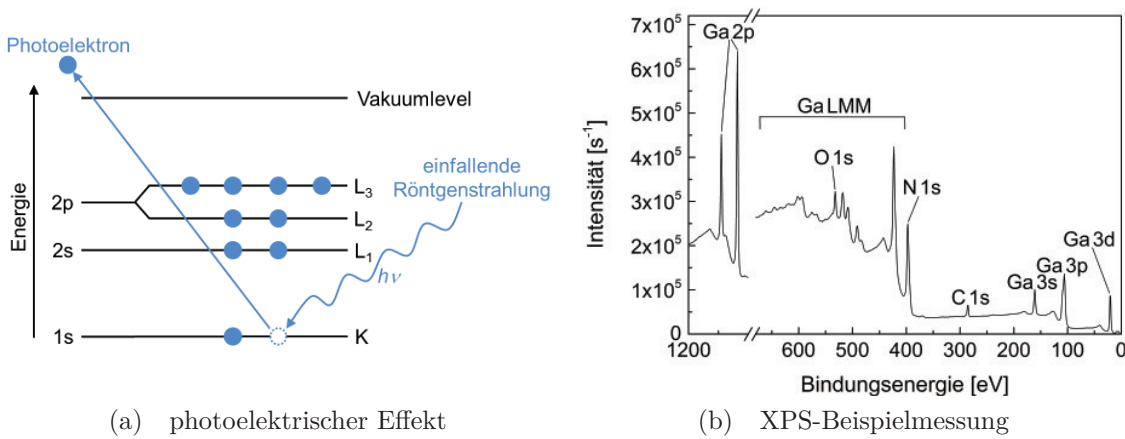


Abb. 2.20: Schematische Darstellung des photoelektrischen Effekts mit Beispielmessung einer w-GaN-Schicht, welche auf ein 6H-SiC(0001)-Substrat deponiert wurde. Die Bezeichnung Ga LMM umfasst eine Gruppe von Peaks, die von LMM-Auger-Elektronenübergängen stammen.

wobei $h\nu$ die Energie der eingestrahlichten Photonen, E_B die Elektronenbindungsenergie und W_{Asp} die spektrometerspezifische Austrittsarbeit ist. Anhand der gemessenen kinetischen Energien dieser Photoelektronen können Aussagen über die chemische Zusammensetzung und über die vorhandenen chemischen Bindungen an der Probenoberfläche getroffen werden.

In der vorliegenden Arbeit wurde zur Anregung des photoelektrischen Effekts monochromatische Al- K_α -Strahlung mit einer Energie von 1486,6 eV benutzt. Zur Erhöhung der Photoelektronenausbeute kam eine elektrostatische Linse, welche mit einer magnetischen Immersionslinse kombiniert ist, zum Einsatz. Die Detektion der Photoelektronen und die Bestimmung ihrer kinetischen Energie wurde über einen Halbkugelanalysator mit einem Kanalplatten-Sekundärelektronenvervielfacher bei einer Passenergie von 160 eV bzw. 40 eV realisiert. Die auf diese Weise erhaltenen XPS-Spektren (siehe Beispielmessung 2.20b) wurden anschließend unter Verwendung des Programms Unifit angepasst und ausgewertet. An dieser Stelle ist zu bemerken, dass es sich um ein *ex situ* Analysensystem handelt und die Proben während des Transports bereits Kontakt zu Luft hatten.

2.6.6 Rasterelektronenmikroskopie

Bei der Rasterelektronenmikroskopie (SEM) wird ein fokussierter Elektronenstrahl mit einer Beschleunigungsspannung von 0,1 kV bis 30 kV über die Probenoberfläche gerastert. Beim Auftreffen der Elektronen auf die Probe finden verschiedene Wechselwirkungsprozesse statt, wobei es hauptsächlich zur Emission von Sekundärelektronen, rückgestreuten Elektronen und Röntgenstrahlung kommt. Zur Abbildung werden vorwiegend die Sekundärelektronen genutzt, welche von oberflächennahen Regionen stammen und Informationen über die Oberflächentopografie liefern. Die emittierten Sekundärelektronen werden über einen Everhart-Thornley-Detektor oder einen in-lens-Detektor erfasst, dessen Signal anschließend verstärkt und zur Bilderzeugung genutzt wird. Abbildung 2.21a zeigt den schematischen Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops. Der Bildkontrast entsteht dadurch, dass zum Detektor geneigte Flächen heller erscheinen, als vom Detektor abgewandte Flächen. Dabei wird der Eindruck vermittelt, dass die Probe aus Richtung des Detektors beleuchtet wird, während sie von oben abgerastert wird (siehe Abb. 2.21b). Mit dieser Methode lassen sich laterale Auflösungen von wenigen nm erzielen. Es ist jedoch zu beachten, dass nur qualitative Höheninformationen erhalten werden.

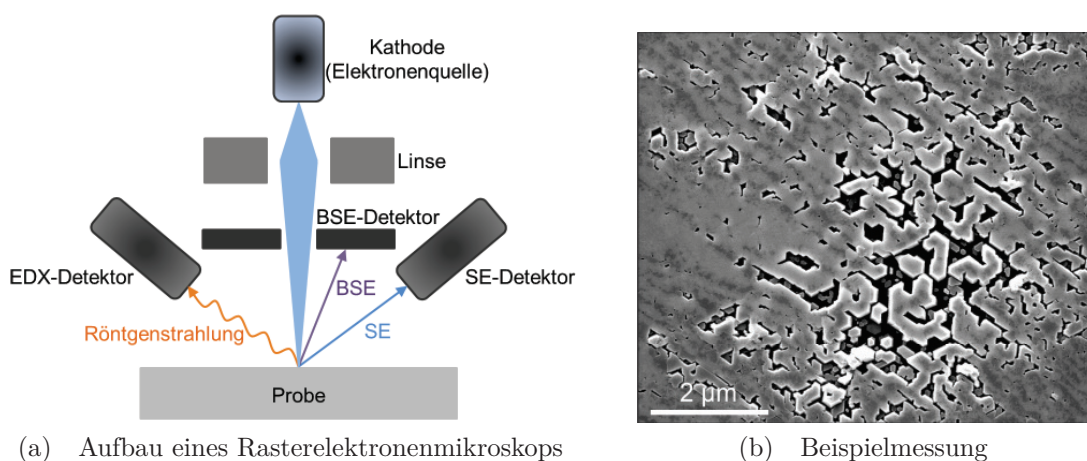


Abb. 2.21: Schematische Darstellung eines Rasterelektronenmikroskops mit einer Beispielmessung (w-GaN auf 6H-SiC(0001)). Hierbei bezeichnet SE die Sekundärelektronen, BSE die rückgestreuten Primärelektronen und EDX die energiedispersive Röntgenspektroskopie.

2.6.7 Transmissionselektronenmikroskopie

Zur Aufklärung der Morphologie, der lokalen kristallinen Struktur, der Beschaffenheit der Grenzfläche und der Verteilung der verschiedenen Defekttypen in der Schicht wurden Transmissionselektronenmikroskopie-Aufnahmen (TEM) angefertigt. Von besonderem Interesse war bei diesen Messungen der Grenzflächenbereich zwischen Substrat und Schicht, um ein besseres Verständnis für das Wachstum der GaN-Schichten zu entwickeln. Hierbei wird eine sehr dünne Probe ($< 50\text{ nm}$) mit hochenergetischen Elektronen durchstrahlt, welche an den Gitterebenen des Atomgitters der Probe gestreut bzw. gebeugt werden. Die transmittierten Elektronen enthalten Informationen über diese Wechselwirkungsprozesse und liefern auf diese Weise zum Beispiel Informationen über die kristalline Struktur. Generell wird zwischen zwei verschiedenen Messmodi unterschieden:

TEM-Modus: Mit Hilfe von elektronenoptischen Linsen wird der monochrome Elektronenstrahl parallelisiert und auf die Probe gelenkt. Hinter der Probe befindet sich ein weiteres System elektronenoptischer Linsen, sowie ein Detektor zur Bilderzeugung. Durch geeignete Wahl von Aperturen und Linsen kann auf diese Weise ein Realraum-Bild oder ein Beugungsbild erhalten werden.

STEM-Modus: Ein erst in jüngerer Zeit verwendeter Modus ist der STEM-Modus, bei dem ein fokussierter Elektronenstrahl über die Probe gerastert wird. Der Vorteil hierbei ist, dass die Analyse mit einer hohen räumlichen Auflösung betrieben werden kann.

Weiterhin ist der Einsatz analytischer Methoden, wie zum Beispiel der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX, siehe Abschnitt 2.6.8) zur Charakterisierung der lokalen chemischen Zusammensetzung möglich. Der STEM-Modus bietet zudem die Möglichkeit, die chemische Zusammensetzung orts aufgelöst zu bestimmen und abzubilden.

Wie bereits erwähnt, wird der Elektronenstrahl an den Gitterebenen der kristallinen Probe gebeugt, sofern die Bragg-Bedingung (Gl. 2.18) erfüllt ist. Der Elektronenstrahl

wird parallel zur Schnittlinie der Gitterebenen (in Zonenachse) eingestrahlt. Auf dem Detektor entsteht als Beugungsbild ein Schnitt durch das reziproke Kristallgitter, aus dem sich Gitterstruktur und -parameter bestimmen lassen. Mit Hilfe eines fokussierten Elektronenstrahls besteht die Möglichkeit, sehr kleine Bereiche der Probe zu bestrahlen, sodass die Gitterstruktur mit einer hohen Ortsauflösung identifiziert werden kann (Nanodiffraktion). Dies ist zum Beispiel bei polykristallinen Proben, die aus vielen kleinen Kristalliten zusammengesetzt sind, von Bedeutung.

Zur Abbildung eines Realraum-Bildes werden in der Regel zwei Methoden verwendet:

Hellfeldaufnahme: Zur Abbildung wird der Primärstrahl genutzt, welcher in Schichten mit verschiedener Dicke oder in Bereichen mit unterschiedlichen Streuvermögen Dicken- bzw. Absorptionskontraste erzeugt. Gleichzeitig wird der Elektronenstrahl teilweise an kristallinen Bereichen gebeugt, sodass er abgelenkt wird und nicht zum Bild beiträgt. Die auf diese Weise entstandenen Helligkeitsunterschiede werden als Beugungskontrast bezeichnet, welcher sich besonders gut eignet, um Kristallite, Korngrenzen und Gitterdefekte abzubilden.

Dunkelfeldaufnahme: Bei diesem Abbildungsmodus werden ein oder mehrere Beugungsmaxima aus dem Beugungsbild selektiert und für die Aufnahme verwendet. Alle anderen Maxima und der Primärstrahl werden ausgeblendet, damit nur die Bereiche der Probe hell dargestellt werden, an denen die Beugungsbedingung erfüllt wird. Ein Vergleich von Aufnahmen verschiedener Beugungsmaxima kann Aufschluss über die Verteilung der Kristallite in der Probe geben. In Abb. 2.22 wird eine Dunkelfeldaufnahme einer Si(100)-Probe gezeigt.

Zur transmissionselektronenmikroskopischen Analyse der GaN-Schichten wurde ein C_s -korrigiertes Titan³ G2 60-300 (FEI) benutzt. Ein großer Vorteil dieses Mikroskops ist die Korrektur der sphärischen Aberration des Elektronenstrahls [66, 67], welche beim Durchlaufen der elektronenoptischen Linsen auftritt. Weiterhin verfügt das Mikroskop über eine Elektronenquelle mit hoher Langzeitstabilität und einer sehr

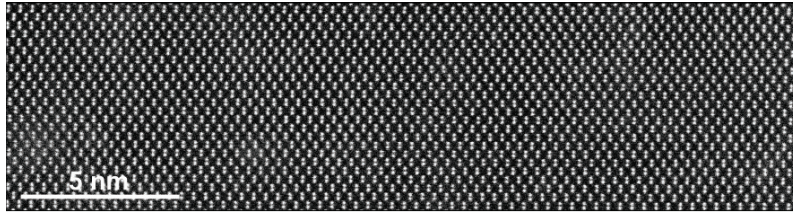


Abb. 2.22: Hochaufgelöste STEM-Messung (Dunkelfeldaufnahme) einer Si(100)-Probe. Die Einfallsrichtung des Elektronenstrahls war parallel zur Si[110]-Richtung.

schmalen Wellenlängenverteilung der emittierten Elektronen. Damit kann eine Auflösung von bis zu 70 pm erreicht werden. Für die Messungen sind zur Beschleunigung der Elektronen Spannungen von 80 kV bzw. 300 kV wählbar.

Die Präparation der Lamellen für die TEM-Untersuchungen erfolgte mit einem fokussierten Galliumionenstrahl (FIB), wobei die Lamellen senkrecht zur a-Achse des hexagonalen GaNs geschnitten wurden, damit kubische und hexagonale Phase voneinander zu unterscheiden sind. Die verwendete Beschleunigungsspannung des Galliumionenstrahls zum Herausschneiden der Lamelle betrug 30 kV. Anschließend wurden die Lamellen mit Galliumionen soweit gedünnt, bis sie für den Elektronenstrahl transparent waren (ca. 80 nm Dicke). Danach erfolgte ein schrittweises Dünnen mit einem fokussierten niederenergetischen Argonionenstrahl (NanoMill), damit möglichst alle Defekte bzw. amorphisierte Bereiche, die durch die FIB-Präparation entstanden sind, entfernt wurden. Die endgültige Dicke der Lamellen lag bei 10–30 nm [65, 68].

2.6.8 Energiedispersive Röntgenspektroskopie

Die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) liefert quantitative Aussagen über die chemische Zusammensetzung der mittels SEM bzw. TEM/STEM untersuchten Probe. Bei der Bestrahlung der Probe mit Elektronen, werden Elektronen aus inneren Schalen der Probenatome herausgeschlagen. Die so entstandenen Lücken werden umgehend mit Elektronen aus höher gelegenen Schalen aufgefüllt, wobei Energie in Form von Röntgenphotonen frei wird. Die Energie der emittierten Röntgenphotonen entspricht dabei der Energiedifferenz der am Übergang beteiligten Atomschalen und

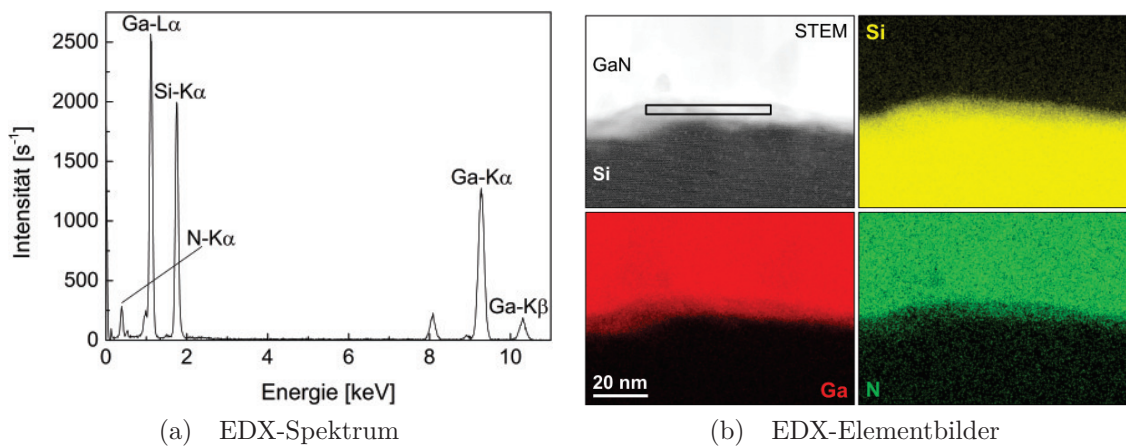


Abb. 2.23: EDX-Spektrum und EDX-Elementbilder für Silizium (gelb), Gallium (rot) und Stickstoff (grün) mit zugehöriger STEM-Messung des Grenzbereiches zwischen GaN-Schicht und Siliziumsubstrat. Das EDX-Spektrum bezieht sich auf den rechteckig markierten Bereich in der STEM-Aufnahme.

ist charakteristisch für das aussendende Atom. Die mittels eines energiedispersiven Detektors nachgewiesenen Röntgenphotonen erzeugen im EDX-Spektrum Peaks, deren Lage elementspezifisch ist (siehe EDX-Messung in Abb. 2.23a). Über die Intensität der Peaks können mit einer geeigneten mathematischen Anpassung die Konzentrationen der detektierten Elemente bis auf 2 Atomprozent genau bestimmt werden. Weiterhin war es mit Hilfe der STEM-Methode möglich, Elementverteilungen orts aufgelöst zu bestimmen und darzustellen (Abb. 2.23b).

2.6.9 Photolumineszenz-Spektroskopie

Mit Hilfe der Photolumineszenz-Spektroskopie (PL-Spektroskopie) kann die Bandstruktur von Halbleitermaterialien untersucht werden. Dabei wird die zu untersuchende Probe mit monochromatischem Licht bestrahlt, damit die Elektronen der Probenatome in das Leitungsband gehoben werden. Da bei GaN besonders die bandkannennahe Lumineszenz von Interesse ist, muss die Energie des einfallenden Lichts größer als die Bandlücke sein. Durch die Absorption des einfallenden Lichts werden Elektronen aus dem Valenzband in unbesetzte Zustände im Leitungsband angehoben, welche anschließend unter Aussendung eines Photons wieder zurück in energetisch tiefere Zustände übergehen (strahlende Rekombination). Die Energie des frei werden-

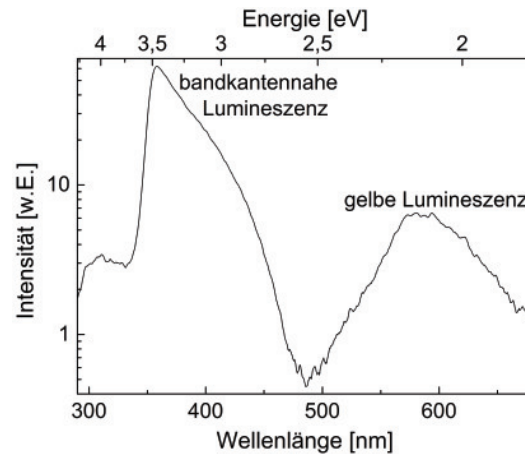


Abb. 2.24: Photolumineszenzmessung einer w-GaN-Schicht, die auf ein Si(111)-Substrat deponiert wurde (Probentemperatur: 77 K, Anregungswellenlänge: 250 nm).

den Photons entspricht der Energiedifferenz der beteiligten Zustände. Dieses Licht wird anschließend im Spektrometer analysiert, wobei die Maxima den verschiedenen strahlenden Rekombinationen des Halbleiters zugeordnet werden können. Abbildung 2.24 zeigt eine Beispielmessung mit Peakzuordnung.

Der schematische Aufbau des verwendeten PL-Spektrometers ist in Abb. 2.25 dargestellt. Die Anregung der Probe erfolgte mit einer Xenon-Blitzlampe, deren Wellenlänge mit einem Monochromatorgitter und einem Spalt begrenzt wurde (hier auf 250 nm). Dabei kam ein UG5-Filter zum Einsatz, der eine besonders hohe Transmission zwischen 200 nm und 400 nm Wellenlänge und für Wellenlängen > 700 nm aufweist. Auf diese Weise konnte die zweite Ordnung der Anregungswellenlänge ausgeblendet

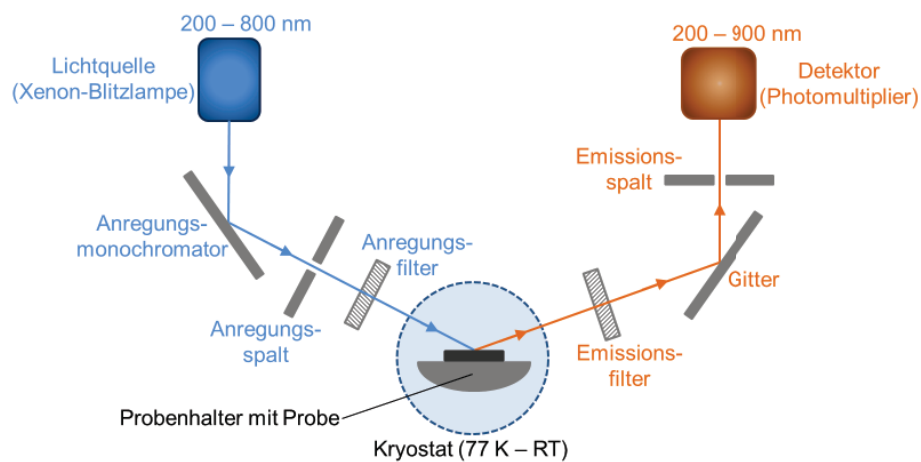


Abb. 2.25: Schematische Darstellung des Strahlenganges des verwendeten Photolumineszenzspektrometers.

werden. Die Probe befand sich während der Messung in einem Flüssigstickstoff-Kryostaten, wo sie auf 77 K gekühlt wurde. Das von der Probe emittierte Licht wurde nach Passieren eines 290 nm Cut-Off-Filters und eines Gitters zur wellenlängenabhängigen Messung des emittierten Lichts mittels eines Photomultipliers detektiert, sodass ein entsprechendes Emissionsspektrum der Probe bei der eingestellten Anregungswellenlänge erhalten wurde.

3 Ionenstrahlgestütztes Wachstum von GaN-Schichten auf Si(111)- und Si(100)-Substraten

3.1 Motivation

Silizium ist aufgrund seines vielfältigen Einsatzes bei technologischen Anwendungen ein attraktives Substratmaterial für das epitaktische Wachstum von GaN-Schichten. Zudem ist es sehr kosteneffizient und leicht verfügbar, im Gegensatz zu anderen Substratmaterialien wie Siliziumkarbid (SiC) oder Saphir (Al_2O_3). Bei der Verwendung von Silizium als Substratmaterial für die GaN-Epitaxie gibt es jedoch diverse Komplikationen, die den Wachstumsprozess erschweren. Zum einen unterscheiden sich die Gitterkonstanten von Silizium und GaN um ca. -17% und zum anderen ist der thermische Ausdehnungskoeffizient von Silizium nur halb so groß wie der von GaN. Dadurch kommt es beim Abkühlprozess zu Verspannungen und ab einer gewissen Schichtdicke sogar zu Rissen in den GaN-Schichten. Zusätzlich tritt bei Substrattemperaturen von über 400 °C ein Effekt ein, welcher als „melt-back etching“ bezeichnet wird [61, 62, 69–71]. Hierbeiätzt das flüssige Gallium Löcher entlang der {100}- bzw. {111}-Kristallebenen vom Silizium, wodurch die Oberfläche für das anschließende Wachstum zerstört wird (siehe Abb. 3.1). Aus diesem Grund ist es notwendig, die Siliziumoberfläche vor den ankommenden Galliumatomen zu schützen, indem beispielsweise Pufferschichten aus Aluminiumnitrid (AlN) einge-

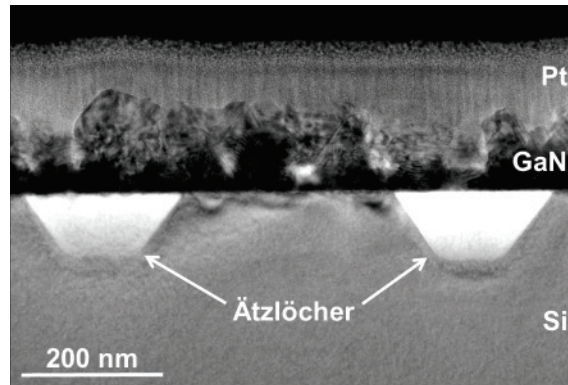


Abb. 3.1: STEM-Aufnahme von einem Si(100)-Substrat mit darüber liegender GaN-Schicht. Die durch „melt-back etching“ verursachten Ätzlöcher entlang der $\{111\}$ -Ebenen sind im Siliziumsubstrat zu erkennen.

setzt werden [72–76]. Diese Pufferschichten müssen teilweise mehrere Mikrometer dick sein, um die Diffusion von Galliumatomen durch die Pufferschicht hindurch zu verhindern. Dadurch erhöht sich der Aufwand für die Schichtherstellung. Eine Alternative zu diesen dicken AlN-Pufferschichten ist der Einsatz einer Zwischenschicht aus Siliziumnitrid (SiN_x), da reaktiver, energetischer Stickstoff bereits aus dem Depositionsprozess zur Verfügung steht. Dazu wird die Siliziumoberfläche mit Stickstoffionen bestrahlt (Nitridation) um eine SiN_x -Zwischenschicht zu erzeugen [77–85]. Bis jetzt haben nur wenige Arbeitsgruppen versucht, GaN auf einem Siliziumsubstrat mit einer Zwischenschicht aus SiN_x abzuscheiden [86–92], wobei die kristalline Qualität der GaN-Schichten unter der auf anderen Substraten, wie zum Beispiel 6H-SiC, lag. Weiterhin gibt es bei dem Wachstum von GaN auf Silizium Probleme mit der Benetzung der Siliziumoberflächen mit flüssigem Gallium, wodurch die GaN-Schichten in separierten Kristalliten wachsen. Hierfür kann beispielsweise eine dem Wachstumsprozess vorangegangene Strukturierung der Siliziumsubstratoberfläche hilfreich sein und die Benetzbarkeit der Substratoberfläche erhöhen [93–96]. Gleichzeitig kann eine Vorstrukturierung der Substratoberfläche Verspannungen innerhalb der GaN-Schichten und daraus resultierende Risse reduzieren.

Zur Realisierung des epitaktischen Wachstums von GaN-Schichten auf Si(111)- und Si(100)-Substraten kamen in der vorliegenden Arbeit verschiedene ionenstrahlbasierte Techniken zum Einsatz. Die Si(111)- und Si(100)-Substrate wurden vor

der GaN-Schichtdeposition mit hyperthermischen Stickstoffionen bestrahlt, um eine dünne SiN_x -Zwischenschicht, zum Schutz der Siliziumoberfläche vor Galliumatomen, herzustellen. Dabei kamen Stickstoffionen mit einer kinetischen Energie von ≤ 25 eV zum Einsatz. Zur Erhöhung der Benetzbarkeit der Siliziumoberflächen wurden einige Si(111)-Oberflächen mit Kryptonionen vorstrukturiert (Rippel- und Terrassenstrukturen). Anschließend wurden diese strukturierten Siliziumoberflächen ebenfalls mit Stickstoffionen zum Schutz vor Galliumatomen bestrahlt. Auf diese Weise sollten die GaN-Kristallite zum Wachstumsbeginn dichter aufwachsen, damit geschlossene GaN-Schichten erzielt werden. In den folgenden Kapiteln werden die Einflüsse verschiedener Ionenbestrahlungs- und Depositionsparameter auf das GaN-Schichtwachstum diskutiert. Zuerst wird die Optimierung der Substratvorbehandlung und der GaN-Abscheideparameter am Beispiel von Si(111) beschrieben. Danach erfolgt eine Untersuchung des GaN-Schichtwachstums auf vorstrukturierten Si(111)-Substraten, wobei die Ergebnisse mit denen auf planaren Si(111)-Substraten verglichen werden. Anschließend wird das GaN-Schichtwachstum auf Si(100)-Substraten unter Variation der Ionenbestrahlungs- und GaN-Depositionsparameter erläutert, sodass am Kapitelende ein Vergleich der Ergebnisse erfolgen kann.

3.2 Optimierung der Substratvorbehandlung

Da bisher keine GaN-Schichtwachstumsexperimente mit dem IBA-MBE-Verfahren durchgeführt wurden, mussten zunächst die optimalen Parameter für die Substratvorbehandlung, die Stickstoffionenbestrahlung der Siliziumoberflächen und die GaN-Schichtdeposition gefunden werden. Im Folgenden soll der Optimierungsprozess am Beispiel von Si(111) beschrieben werden, wobei dieser Prozess folgende Schritte umfasst: Im ersten Schritt mussten die Siliziumsubstrate gereinigt und das Oberflächenoxid entfernt werden. Anschließend war es wichtig die Siliziumoberflächen zu passivieren, damit die Substrate ohne erneute Oxidation der Oberfläche in die UHV-Anlage eingeschleust werden konnten. Der zweite Schritt umfasste das Herbeiführen einer Oberflächenrekonstruktion der Siliziumoberfläche, damit diese möglichst

sauerstofffrei und definiert für die anschließende hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung (Schritt 3) war. Für die Stickstoffionenbestrahlung der rekonstruierten Siliziumoberflächen musste zunächst eine geeignete Substrattemperatur und Bestrahlungsdauer gefunden werden. Außerdem musste bestätigt werden, ob eine Zwischenschicht aus SiN_x einen ausreichenden Schutz vor thermischen Galliumatomen bietet.

3.2.1 Schritt 1: Reinigung und Oxidentfernung

Da die Siliziumsubstrate Verunreinigungen vom Schneideprozess aufwiesen, wurden diese zuerst mit einem nasschemischen Reinigungsverfahren (RCA-Verfahren [97]) gesäubert. Zur Beseitigung von Partikeln und organischen Verunreinigungen wurden die Substrate in ein Bad aus Ammoniakwasser, Wasserstoffperoxid und deionisiertem Wasser (Verhältnis 1:1:5) eingetaucht. Danach wurden metallische Verunreinigungen mittels eines Bades aus Salzsäure, Wasserstoffperoxid und deionisiertem Wasser (Verhältnis 1:1:6) entfernt. Beide Reinigungsschritte wurden bei einer Temperatur von ca. 80 °C mit einer Prozesszeit von bis zu 5 min durchgeführt.

Zur Entfernung der Oxidschicht wurden die gereinigten Siliziumsubstrate in gepufferte Flusssäure (BHF) für 30 s getaucht. Als Pufferlösung wurde Ammoniumfluorid (NH_4F) mit einem Verhältnis $\text{NH}_4\text{F}:\text{HF}$ von 7:1 verwendet. Anschließend wurden die geätzten Siliziumsubstrate mit deionisiertem Wasser gespült und für 5 min darin gelagert. Die Lagerung in deionisiertem Wasser soll eine gleichmäßige Absättigung der Siliziumbindungen an der Siliziumoberfläche mit Wasserstoffatomen bewirken [98–101], und vor einer erneuten Oxidation durch Sauerstoff aus der Luft schützen. Eine Ätzzeit von 30 s stellte sich als ausreichend heraus, da das Oberflächenoxid nach der RCA-Reinigung wenige 10 nm dick ist und die Ätzraten von SiO_2 mit BHF bei 1 - 1,5 nm s^{-1} liegen. Zum Nachweis, dass die Oberflächenoxidschicht entfernt wurde, sind in Abb. 3.2 XPS-Messungen einer frisch geätzten Siliziumoberfläche aufgezeigt, wobei die Probe innerhalb von 15 min eingeschleust wurde und 60 min in der Schleusenammer verblieb, bis sie transferiert werden konnte. In den Si 2p-Messungen der

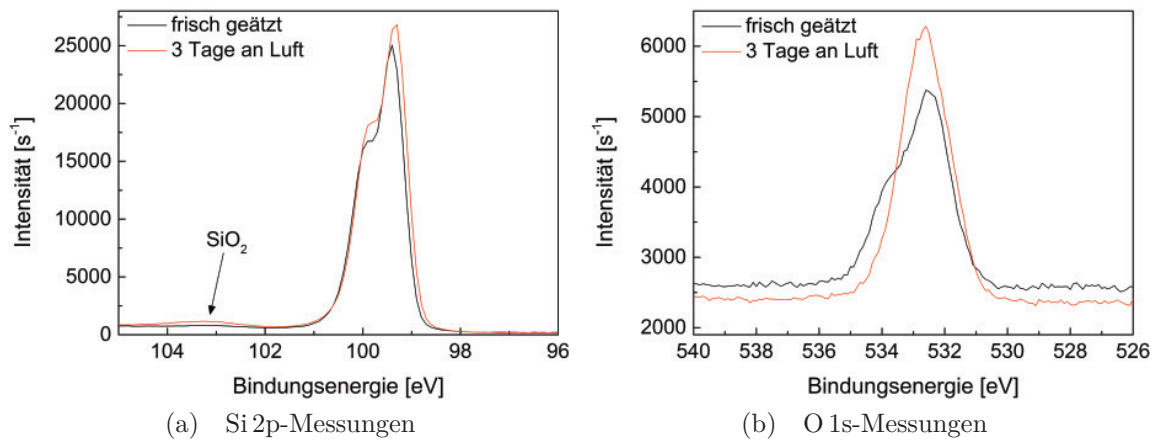


Abb. 3.2: XPS-Messungen der Si 2p- und O 1s-Peaks einer frisch mit BHF geätzten Siliziumoberfläche und einer Siliziumoberfläche, welche nach dem Ätzen drei Tage an Luft verblieb.

frisch mit BHF geätzten Siliziumoberfläche (schwarze Kurve in Abb. 3.2a) ist im Bindungsenergiebereich von 102–104 eV kein Peak zu erkennen, so dass kein an Silizium gebundener Sauerstoff (SiO_2) vorliegt. Der Peak in der O 1s-Messung (Abb. 3.2b) stammt von Belegungen an der Siliziumoberfläche, beispielsweise mit Wasser oder Kohlenwasserstoffen, da in den Messungen ebenfalls Kohlenstoff detektiert wurde. Weitere XPS-Messungen ergaben (siehe rote Kurve in Abb. 3.2), dass selbst nach Verbleib der oxidfreien Si(111)-Substrate über einen Zeitraum von drei Tagen an Luft keine mit XPS nachweisbare Oxidation der Siliziumoberfläche stattgefunden hat und eine schützende Passivierung der Oberfläche mit Wasserstoff vorhanden war.

3.2.2 Schritt 2: Oberflächenrekonstruktion

Nach der Reinigung und Entfernung der Oberflächenoxidschicht, wurden die Siliziumsubstrate auf den Probenhalter montiert und in die IBA-MBE-Anlage eingeschleust. Bei der Montage der Siliziumsubstrate war es wichtig, eine Plastikpinzette zu verwenden, da Edelstahlpinzetten Nickel enthalten und bereits eine geringe Belegung mit Nickelatomen ausreicht, um eine Rekonstruktion der Siliziumoberfläche zu verhindern [102–104]. Anschließend wurden die Proben auf dem Probenhalter in die Depositionskammer transferiert. Dort wurden die Substrate geheizt, um Belegungen auf der Oberfläche zu entfernen und eine 7×7 -Rekonstruktion der Si(111)-Oberfläche

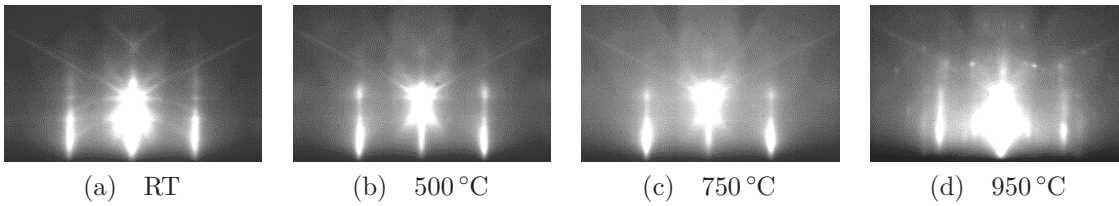


Abb. 3.3: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur $\text{Si}[\bar{2}11]$ -Richtung) der $\text{Si}(111)$ -Substrate, die auf Temperaturen zwischen 500 °C und 950 °C geheizt und für 20 min bei dieser Temperatur gehalten wurden (Heizrate: 1 K s^{-1}). Zum Vergleich ist links ein Beugungsbild einer $\text{Si}(111)$ -Oberfläche vor dem Heizprozess dargestellt.

einzustellen. Diese Rekonstruktion der Siliziumoberfläche ist der Nachweis für eine sauerstofffreie Oberfläche, welche sauber und definiert für die anschließende Stickstoffionenbestrahlung ist. Die Substrate wurden auf Temperaturen zwischen 500 °C und 950 °C geheizt (Heizrate: 1 K s^{-1}), welche für 20 min gehalten wurden. Erst bei einer Endtemperatur von 950 °C fand eine 7×7 -Rekonstruktion der Siliziumoberfläche statt.

In Abb. 3.3 sind die *in situ* RHEED-Beugungsbilder der $\text{Si}(111)$ -Oberflächen für verschiedene Substrattemperaturen nach einer Haltedauer von 20 min dargestellt. Bei Substrattemperaturen bis 750 °C traten keine Veränderungen in den jeweiligen RHEED-Bildern auf. Erst bei einer Substrattemperatur von 950 °C erschienen zwischen den bereits vorhandenen Reflexen zusätzliche Reflexe, die auf eine Rekonstruktion der Oberfläche hindeuten. Aus der Anzahl und den Positionen dieser zusätzlichen Reflexe kann gefolgert werden, dass eine 7×7 -Rekonstruktion der $\text{Si}(111)$ -Oberfläche vorlag. Die Anwesenheit einer solchen Oberflächenrekonstruktion konnte mittels einer zusätzlichen *in vacuo* LEED-Messung bestätigt werden (siehe Abb. 3.4a). Ob die Oberfläche frei von Verunreinigungen war, wurde mittels einer *in vacuo* AES-Messung überprüft (Abb. 3.4a). Es wurde ein Kohlenstoff- und ein sehr schwaches Stickstoffsignal detektiert, wobei der vermutlich vom Probenhalter stammende Stickstoff während des Heizens freigesetzt wurde und mit der Siliziumoberfläche reagieren konnte. Zusätzlich ist in Abb. 3.4b eine mit AFM *ex situ* gemessene Topografieaufnahme einer 7×7 -rekonstruierten $\text{Si}(111)$ -Oberfläche dargestellt, die eine ebenmäßige Oberfläche mit kleinen Artefakten zeigt, welche durch die Oxida-

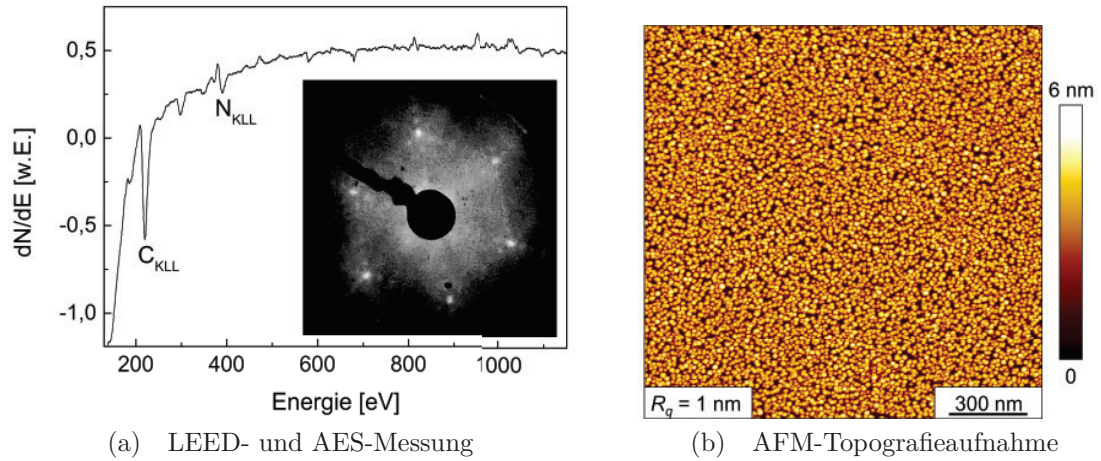


Abb. 3.4: *In vacuo* LEED- und AES-Messung einer 7×7 -rekonstruierten Si(111)-Oberfläche, sowie eine *ex situ* gemessene AFM-Aufnahme ($1,5 \times 1,5 \mu\text{m}^2$) der Siliziumoberfläche nach dem Kontakt zu Luft. Die LEED-Messung wurde bei einer Elektronenenergie von 60 eV durchgeführt und der Kontrast des Bildes wurde zur besseren Darstellung erhöht.

tion an Luft entstanden sind. Zu bemerken ist, dass keine Ätzlöcher, welche durch vom Probenhalter freigesetztes Gallium verursacht wurden („melt-back etching“), zu finden sind. Insofern kann für die nachfolgende Stickstoffionenbestrahlung von einer sauberen und definierten Siliziumoberfläche ausgegangen werden, wenn das Siliziumsubstrat zuvor für 20 min auf 950°C geheizt wurde.

3.2.3 Schritt 3: Stickstoffionenbestrahlung

Wie bereits beschrieben, soll eine dünne Schicht aus SiN_x die Siliziumoberfläche vor den thermischen Galliumatomen schützen. Hierfür wurden die 7×7 -rekonstruierten Si(111)-Oberflächen mit hyperthermischen Stickstoffionen ($E_{\text{kin}} \leq 25 \text{ eV}$) bestrahlt, um eine SiN_x -Schicht herzustellen. Eine Bestrahlung mit Stickstoffionen solcher Energie bot sich an, da diese ebenfalls für den ionenstrahlgestützten GaN-Depositionsprozess benötigt werden und somit zur Verfügung standen. Zudem wären Stickstoffionen mit einer höheren Energie unter dem Aspekt der ioneninduzierten Defekterzeugung an und unterhalb der Siliziumoberfläche nicht zielführend gewesen. Auf diese Weise konnte der Einsatz eines zusätzlichen Materialsystems, wie beispielsweise AlN , als Pufferschicht vermieden werden. Um kristallines Siliziumnitrid (Si_3N_4) durch eine Implantation von Stickstoffionen in eine Siliziumoberfläche herzustellen, müssten Sub-

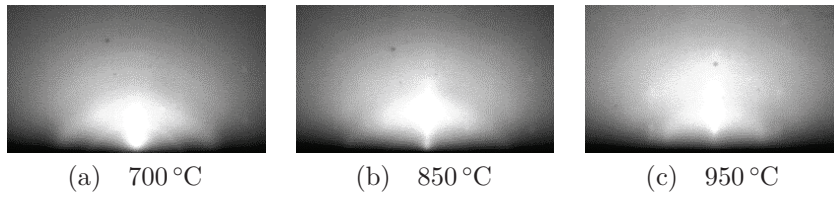


Abb. 3.5: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur $\text{Si}[\bar{2}11]$ -Richtung) der bei unterschiedlichen Substrattemperaturen mit hyperthermischen Stickstoffionen bestrahlten 7×7 -rekonstruierten $\text{Si}(111)$ -Oberflächen. Die Dauer der Ionenbestrahlung betrug 120 min (Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}).

strattemperaturen von $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ vorherrschen [105, 106]. Der Probenheizer in der Depositionskammer erlaubt nur eine Substrattemperatur von maximal $950\text{ }^{\circ}\text{C}$. Aus diesem Grund wurden verschiedene Substrattemperaturen im Bereich von $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ während der Stickstoffionenbestrahlung ausgewählt, um dessen Einfluss auf die Kristallinität der SiN_x -Schicht zu untersuchen. Für die Bestrahlung wurde eine Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (Bestrahlungsdauer: 120 min) festgesetzt, um eine ausreichend dicke SiN_x -Schicht zu erzeugen, welche mit RHEED detektierbar ist. Der Stickstoffionenfluss betrug bei allen Bestrahlungsexperimenten $1,6 \times 10^{14}$ Ionen $\text{cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$.

In Abb. 3.5 sind die *in situ* RHEED-Beugungsbilder für ausgewählte Siliziumsubstrattemperaturen während der Stickstoffionenbestrahlung dargestellt. Nach der Ionenbestrahlung sind bei allen drei Substrattemperaturen nur noch schwach die Beugungsreflexe des Siliziumsubstrates zu erkennen. Die RHEED-Bilder zeigen im Allgemeinen eine diffuse Intensitätsverteilung mit leichten Ansätzen von Beugungsringen, wobei keine scharfen und intensiven Beugungsreflexe vorhanden sind. Daraus folgt, dass bei allen drei Substrattemperaturen die Stickstoffionen mit der Siliziumoberfläche chemisch reagiert haben und es sich um amorphes SiN_x , aufgrund der auftretenden diffusen Beugungsringe, handelt. Weiterhin kann gefolgert werden, dass die SiN_x -Schicht bei allen Substrattemperaturen sehr dünn ist (wenige nm Dicke), da die Beugungsreflexe vom Siliziumsubstrat schwach erkennbar sind. Da die RHEED-Messungen zeigten, dass bei einer Substrattemperatur von $> 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ während der Stickstoffionenbestrahlung kein kristallines SiN_x bzw. keine höhere

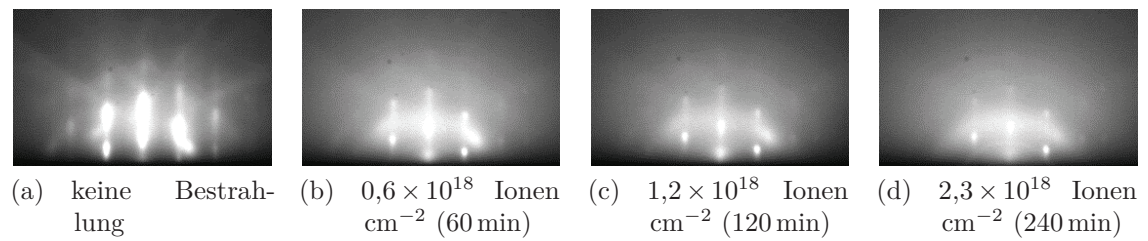


Abb. 3.6: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur $\text{Si}[01\bar{1}]$ -Richtung) der mit verschiedenen Fluenzen bestrahlten Siliziumoberflächen. Die Substrattemperatur betrug $700\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Schichtdicke der SiN_x -Schicht erzielt werden konnte, wurde für die nachfolgenden Bestrahlungsexperimente eine Substrattemperatur von $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ festgesetzt.

Weiterhin musste untersucht werden, ob eine Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (Bestrahlungsdauer: 120 min) ausreichend ist, um eine genügend dicke SiN_x -Schicht herzustellen. Hierfür wurde ein 7×7 -rekonstruiertes $\text{Si}(111)$ -Substrat mit einer Fluenz von $2,3 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (Bestrahlungsdauer: 240 min) bei einer Substrattemperatur von $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit hyperthermischen Stickstoffionen bestrahlt. In Abb. 3.6 sind die zugehörigen RHEED-Beugungsbilder, aufgenommen zu Beginn der Bestrahlung und nach Fluenzen von $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (60 min), $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (120 min) und $2,3 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (240 min), dargestellt. Es ist ersichtlich, dass sich nach einer Fluenz von über $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} kein signifikanter Unterschied im Beugungsbild feststellen lässt. Insbesondere bleiben die Intensitäten der Siliziumsubstratreflexe erhalten. Dies deutet darauf hin, dass nach einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} eine Sättigung der Siliziumoberfläche mit Stickstoffatomen eintritt, sodass keine weiteren Stickstoffatome eingebaut werden können. Ähnliche Beobachtungen hinsichtlich dieses selbstlimitierenden Prozesses wurden von anderen Arbeitsgruppen gemacht [107, 108], wobei maximale Siliziumnitridschichtdicken von ca. 2,5 nm beobachtet wurden [107]. Aus diesem Grund wurde für die nachfolgenden GaN-Depositionsprozesse eine Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} für die Ionenbestrahlung der Siliziumsubstrate ausgewählt.

Zum Nachweis, dass Stickstoffatome in die Siliziumoberfläche eingebaut wurden, wurden *in vacuo* AES- und *ex situ* XPS-Messungen einer bei $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bestrahlten 7×7 -rekonstruierten $\text{Si}(111)$ -Oberfläche durch-

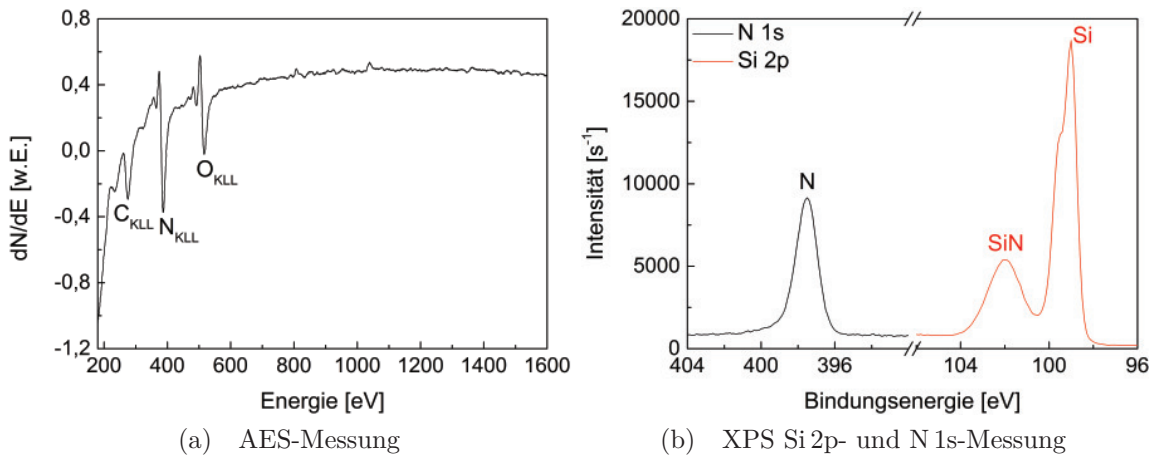


Abb. 3.7: *In vacuo* AES- und *ex situ* XPS-Messungen des Si 2p- und N 1s-Peaks einer mit Stickstoffionen bestrahlten 7×7 -rekonstruierten Si(111)-Oberfläche. Das Substrat wurde bei 700°C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bestrahlt und hatte vor den XPS-Messungen Kontakt zu Luft.

geführt. In der AES-Messung ist ein Stickstoffsignal vorhanden, folglich befinden sich signifikante Mengen Stickstoff an/in der Siliziumoberfläche. In den XPS-Messungen ist zudem bei einer Bindungsenergie von 102 eV ein Peak detektierbar, wobei es sich um an Silizium gebundenen Stickstoff handelt (SiO_2 würde einen Peak bei einer höheren Bindungsenergie (103-104 eV) ergeben). Insofern kann nach der Stickstoffionenbestrahlung der Siliziumoberfläche von der Existenz einer dünnen SiN_x -Schicht ausgegangen werden.

Mit Hilfe von STEM-Messungen konnte überprüft werden, ob es sich ausschließlich um amorphes SiN_x handelt bzw. konnte eine lokale Schichtdicke ermittelt werden. Die SiN_x -Schicht weist in den STEM-Messungen hauptsächlich amorphe Bereiche auf (siehe Abb. 3.8a), jedoch sind ebenfalls kristalline Teilbereiche zu erkennen. Es handelt sich um eine teilweise amorphe SiN_x -Schicht, wobei die Möglichkeit besteht, dass die kristallinen Teilbereiche eine epitaktische Information an die aufwachsende GaN-Schicht übertragen können [86]. Die Schichtdicke der SiN_x -Schicht variierte leicht im gezeigten Bereich und lag zwischen 1 nm und 2 nm. Zudem wurden keine Ätzlöcher im Siliziumsubstrat gefunden, da die dünne SiN_x -Schicht hinreichend dick war, um die Siliziumoberfläche vor einem Ätzangriff durch Gallium zu schützen. Mit lokalen EDX-Messungen im STEM-Modus (siehe Abb. 3.8b) konnte eine Zu-

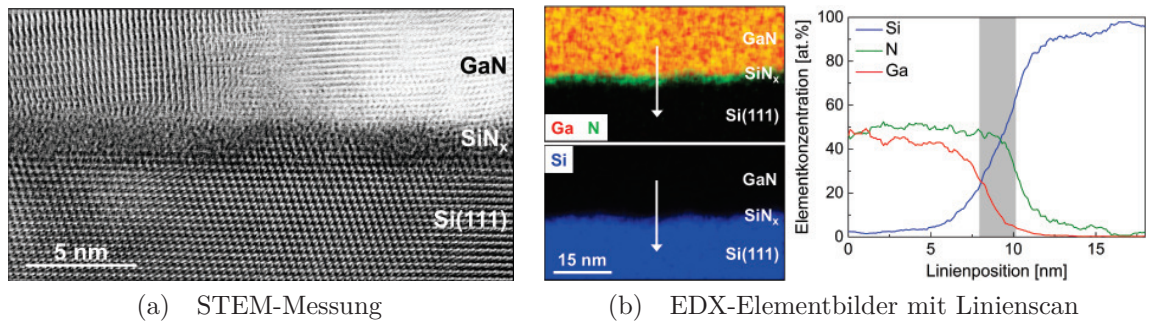


Abb. 3.8: STEM- und EDX-Messungen einer mit hyperthermischen Stickstoffionen bestrahlten Siliziumoberfläche mit darauf befindlicher GaN-Schicht. Die Elementkonzentrationen wurden entlang der in den EDX-Elementbildern gezeigten Linie bestimmt und die Ermittlung der Zusammensetzung der SiN_x -Schicht erfolgte im grau gefärbten Bereich.

sammensetzung der SiN_x -Schicht abgeschätzt werden. Da die Galliumkonzentration allmählich beim Übergang von der GaN-Schicht bis in das Siliziumsubstrat abnahm bzw. die Siliziumkonzentration allmählich zunahm (Abb. 3.8b rechts), konnte der Wert für den stöchiometrischen Faktor x in der SiN_x -Formel im Bereich von 0,5 bis 1,6 ermittelt werden.

Zusammenfassung: Eine hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung einer 7×7 -rekonstruierten Si(111)-Oberfläche bei einer Substrattemperatur von 700°C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18} \text{ Ionen cm}^{-2}$ erzeugt eine teilweise kristalline und bis zu 2 nm dicke SiN_x -Schicht mit $0,5 \leq x \leq 1,6$, welche die Siliziumoberfläche vor „melt-back etching“ schützt.

3.3 Optimierung der Depositionsparameter für Si(111)-Substrate

Vor der GaN-Schichtdeposition wurden alle Si(111)-Substrate wie in Abschnitt 3.2 beschrieben vorbehandelt. Dies umfasst eine thermische Vorbehandlung des Substrates für 10 min bei 950 °C und eine Bestrahlung mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} der 7×7 -rekonstruierten Si(111)-Oberfläche mit hyperthermischen Stickstoffionen bei einer Substrattemperatur von 700 °C. Für die GaN-Schichtdeposition wurden verschiedene I/A-Verhältnisse ausgewählt, wobei der Stickstoffionenfluss $1,6 \times 10^{14}$ Ionen $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$ betrug, sodass die Variation des I/A-Verhältnisses über die Änderung des Galliumflusses realisiert wurde. In Tab. 3.1 sind die verwendeten I/A-Verhältnisse mit den zugehörigen Galliumflüssen aufgelistet. Die Substrattemperatur während des Wachstumsprozesses betrug bei allen Probentypen 700 °C, um optimale Voraussetzungen für zweidimensionales Wachstum zu schaffen [12]. Die Depositionszeiten lagen zwischen 60 min und 420 min, damit auch bei sehr hohen I/A-Verhältnissen ausreichend große Schichtdicken für die spätere Analyse erreicht werden.

Die zugehörigen RHEED-Beugungsbilder (Abb. 3.9) zeigen Unterschiede in der kristallinen Qualität der einzelnen Probentypen. Alle Beugungsbilder weisen punktförmige Reflexe auf, welche dem hexagonalen GaN-Polytypen zuzuordnen sind. Zudem deuten diese punktförmigen Reflexe auf das Vorhandensein von dreidimensionalen Wachstumsstrukturen bzw. auf eine hohe Rauheit der Oberfläche hin. Probentyp 4

Tab. 3.1: Depositionsparameter der auf 7×7 -rekonstruierten und ionenbestrahlten Si(111)-Substraten deponierten GaN-Schichten. Die Substrattemperatur betrug 700 °C und das I/A-Verhältnis wurde im Bereich von 1,6 bis 4,4 variiert (Stickstoffionenfluss: $1,6 \times 10^{14}$ Ionen $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$).

| Probentyp | I/A-Verhältnis | Temperatur der Effusionszelle [°C] | Galliumfluss [10^{14} Atome $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$] |
|-----------|----------------|------------------------------------|---|
| 1 | 4,4 | 980 | 0,36 |
| 2 | 2,9 | 1000 | 0,56 |
| 3 | 2,3 | 1010 | 0,69 |
| 4 | 1,9 | 1020 | 0,84 |
| 5 | 1,6 | 1030 | 1,02 |

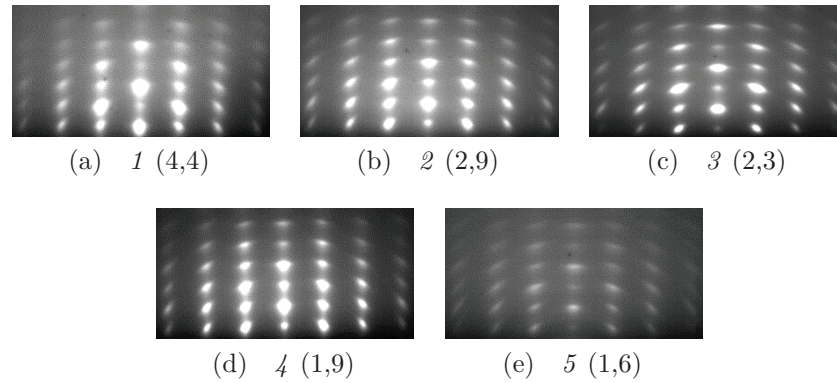


Abb. 3.9: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur w-GaN[11 $\bar{2}$ 0]-Richtung) der bei unterschiedlichen I/A-Verhältnissen deponierten GaN-Schichten. Die Substrattemperatur betrug 700 °C und die Depositionsdauer lag zwischen 60 min und 420 min.

(I/A-Verhältnis: 1,9) weist die am deutlichsten ausgebildeten punktförmigen Reflexe auf, welche vorwiegend kreisförmig sind. Dagegen besitzt Probentyp 5 (I/A-Verhältnis: 1,6) ein sehr schwaches RHEED-Beugungsbild, sodass die Reflexe kaum zu erkennen sind. Bei diesem Probentypen liegt entweder eine Belegung der Oberfläche mit beispielsweise Gallium vor oder es sind nur wenig hexagonal orientierte Kristallite vorhanden, die zum Beugungsbild beitragen. Die Probentypen 1, 2 und 3 (I/A-Verhältnis von 4,4, 2,9 bzw. 2,3) weisen ebenfalls punktförmige Beugungsreflexe des hexagonalen GaNs auf, jedoch sind die Reflexe nicht so schmal und intensiv ausgeprägt wie bei Probentyp 4. Die Reflexe sind entlang einer Kreislinie verbreitert, sodass bei diesen Probentypen von einer stärkeren Verdrehung und Verkipfung der Kristallite auszugehen ist. Weiterhin ist bei diesen drei Probentypen auffällig, dass die Beugungsreflexe abwechselnd schwächer und intensiver erscheinen. Diese Variation in der Intensität ist auf eine Facettierung der Kristallite zurückzuführen.

An dieser Stelle ist zu bemerken, dass die RHEED-Beugungsbilder bei allen Probentypen zum Beginn des GaN-Wachstums sehr breite Reflexe und teilweise sogar Ringe aufwiesen, da ein polykristallines GaN-Wachstum mit Vorzugsorientierung (polykristallin-texturiert) stattfand. Erst nach einer nominellen Schichtdicke von ca. 10 nm waren definierte punktförmige Reflexe, welche dem hexagonalen GaN zuzuordnen sind, vorhanden.

Bei näherer Betrachtung der AFM-Topografieaufnahmen (Abb. 3.10) wird ersicht-

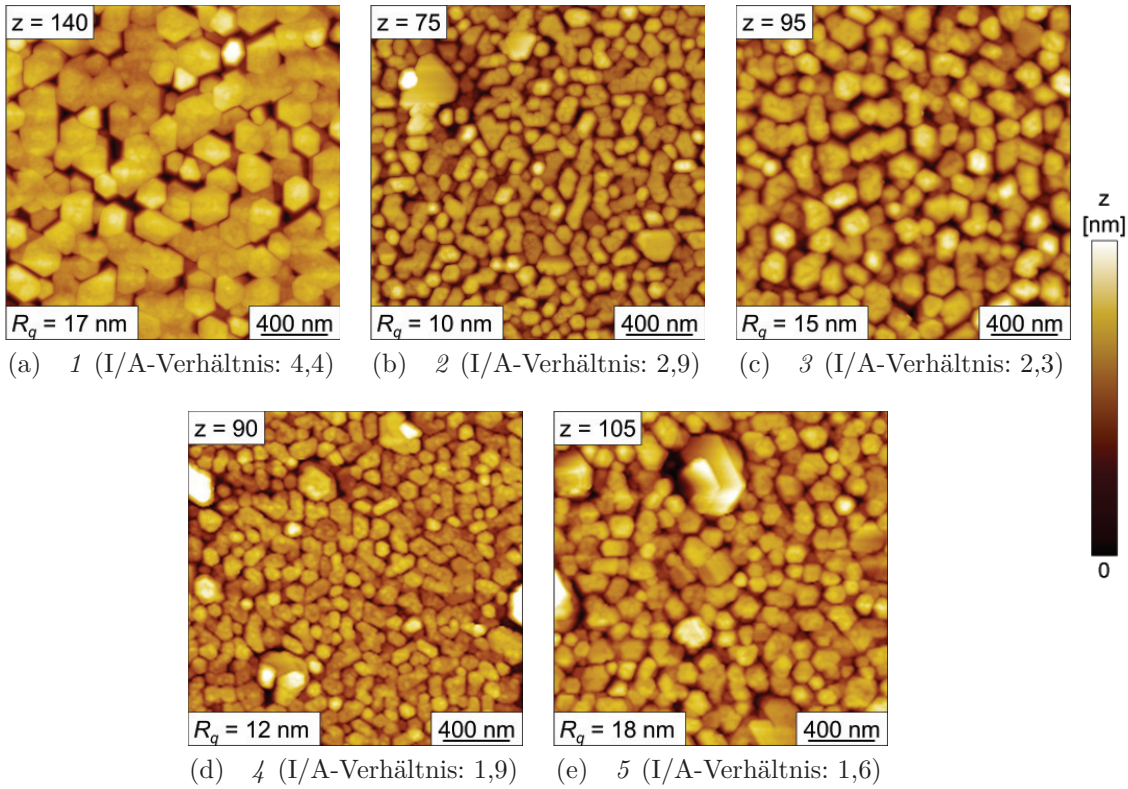


Abb. 3.10: Topografieaufnahmen ($2 \times 2 \mu\text{m}^2$) gemessen mit AFM für die bei verschiedenen I/A-Verhältnissen auf Si(111)-Substraten deponierten GaN-Schichten.

lich, dass bei allen Probentypen einzelne Kristallite mit vorwiegend hexagonaler Form gewachsen sind. Die GaN-Schichten wuchsen von Beginn an dreidimensional, da die RHEED-Bilder vom Wachstumsbeginn an durchbrochene Beugungsringe bzw. punktförmige Reflexe aufzeigten. Eine mögliche Ursache für dieses dreidimensionale GaN-Wachstum, welches unabhängig vom gewählten I/A-Verhältnis ist (es tritt sowohl bei niedrigen als auch bei hohen I/A-Verhältnissen auf), könnte die schlechte Benetzung von Gallium gegenüber der Siliziumoberfläche sein. Dadurch wachsen die GaN-Schichten in einzelnen Kristalliten, wobei es zu keinem Zusammenwachsen dieser Kristallite kommt und der dreidimensionale Wachstumsmodus auch bei einer langen Depositionsdauer (420 min bei Probentyp 1) aufrecht erhalten bleibt. Im nachfolgenden Abschnitt 3.4 wird geklärt, ob die schlechte Benetzung der Siliziumoberfläche durch eine der Deposition vorangegangene Strukturierung des Substrates verbessert werden kann. Die Topografie der Probentypen 1 bis 5 unterscheidet sich im Wesentlichen im Durchmesser der einzelnen Kristallite. Probentyp 1

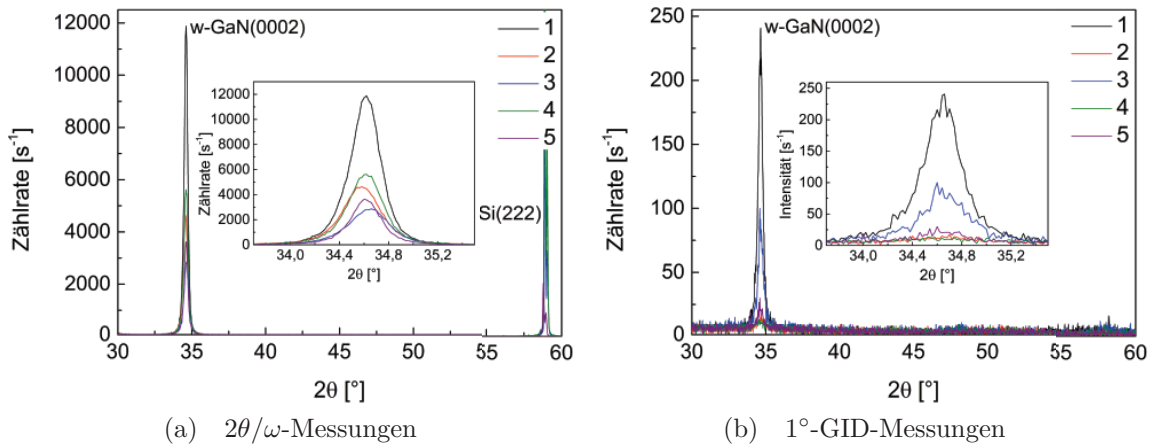


Abb. 3.11: XRD $2\theta/\omega$ - und 1° -GID-Messungen der GaN-Schichten, welche bei unterschiedlichen I/A-Verhältnissen auf Si(111)-Substraten deponiert wurden. Dabei wurde Probenotyp 1 bei einem I/A-Verhältnis von 4,4, Probenotyp 2 bei 2,9, Probenotyp 3 bei 2,3, Probenotyp 4 bei 1,9 und Probenotyp 5 bei 1,6 hergestellt.

weist die breitesten Kristallite auf (200 - 300 nm), wobei zu bemerken ist, dass die Depositionsdauer mit 420 min relativ lang im Vergleich zu den anderen Probenotypen war (nominelle Schichtdicke ca. 200 nm). Bei allen anderen Probenotypen liegt der Kristallitdurchmesser im Mittel bei 100 nm. Dabei treten vereinzelt breitere und höhere Kristallite auf, die förmlich aus der Schicht herausragen, und möglicherweise auf kleine Verschmutzungen der Substratoberfläche, welche überwachsen wurden, zurückzuführen sind.

Die Phasenanalyse mittels XRD (Abb. 3.11) ergab, dass es sich bei dem säulenartig gewachsenen GaN um c-Achsen-orientiertes hexagonales GaN handelt. Dies trifft auf alle Probenotypen zu, wobei Probenotyp 1 (I/A-Verhältnis: 4,4) die höchste w-GaN(0002)-Reflexintensität sowohl in den $2\theta/\omega$ -Messungen als auch in den unter einem Einfallswinkel von 1° gemessenen GID-Messungen aufweist. Dies liegt daran, dass dieser Probenotyp die längste Depositionsdauer mit 420 min und damit die höchste Schichtdicke (ca. 200 nm) im Vergleich zu den anderen Proben besaß. Zu bemerken ist, dass keine weiteren GaN-Orientierungen in den $2\theta/\omega$ -Messungen und 1° -GID-Messungen zu finden waren und es sich ausschließlich um (0002)-orientiertes hexagonales Material handelt. In den 1° -GID-Messungen besitzen die Probenotypen 2, 4 und 5 die geringste Intensität im w-GaN(0002)-Reflex, sodass bei diesen drei Pro-

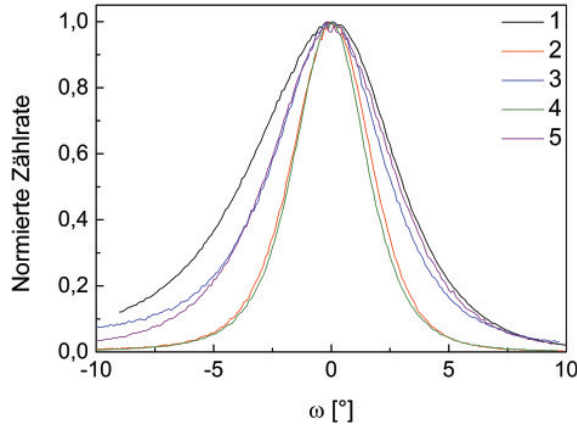


Abb. 3.12: w-GaN(0002)-Rockingkurven der GaN-Schichten, welche bei verschiedenen I/A-Verhältnissen auf Si(111)-Substraten deponiert wurden. Die zugehörigen I/A-Verhältnisse lauten: Probentyp 1: 4,4, Probentyp 2: 2,9, Probentyp 3: 2,3, Probentyp 4: 1,9 und Probentyp 5: 1,6.

bentypen von einer kleineren Verkipfung der Kristallite um die Wachstumsrichtung auszugehen ist. Bei den Probentypen 1 und 3 ist dieser Reflex in den GID-Messungen dagegen intensiver, da eine stärkere Verkipfung der GaN-Kristalle um die Wachstumsrichtung vorliegt. Um diesen Sachverhalt näher betrachten zu können, wurden XRD-Rockingkurven gemessen, wobei anhand der Breite der Kurven eine mittlere Verkipfung der Kristallite um die Wachstumsrichtung ermittelt werden konnte.

In Abb. 3.12 sind diese w-GaN(0002)-Rockingkurvenmessungen für die verschiedenen Probentypen zusammen dargestellt und in Tab. 3.2 sind die zugehörigen Halbwertsbreiten (FWHM) aufgelistet. Die Probentypen 2 und 4 (I/A-Verhältnis von 2,9 bzw. 1,9) weisen die schmalsten Rockingkurven mit Halbwertsbreiten von $3,8^\circ$ bzw. $3,5^\circ$ auf und zeigen demzufolge die geringste mittlere Verkipfung der Kristallite um die Wachstumsrichtung. Dagegen wurden von den anderen Probentypen breitere Rockingkurven mit Halbwertsbreiten von $5,6^\circ$ bis $7,8^\circ$ erhalten, wobei der Probentyp 1 (I/A-Verhältnis: 4,4) die breiteste Rockingkurve besitzt, welche zudem eine leichte Asymmetrie aufweist.

Die φ -Messungen der verschiedenen Probentypen dienten dazu, die Verkipfung der Kristallite in azimuthaler Richtung zu ermitteln. Obwohl in den $2\theta/\omega$ -Messungen kein kubisches GaN detektiert wurde, sind in den z-GaN{200}- φ -Messungen sechs Peaks mit schwacher Intensität vorhanden (Abb. 3.13b). Für den hexagonalen Polytypen

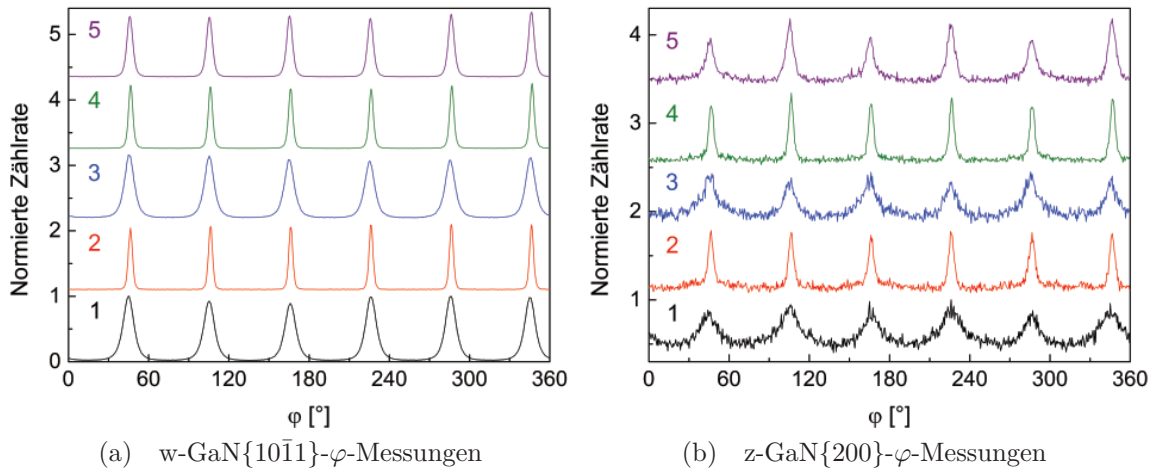


Abb. 3.13: w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}- und z-GaN{200}- φ -Messungen der bei unterschiedlichen I/A-Verhältnissen auf Si(111)-Substraten deponierten GaN-Schichten. Die zugehörigen I/A-Verhältnisse lauten: Probentyp 1: 4,4, Probentyp 2: 2,9, Probentyp 3: 2,3, Probentyp 4: 1,9 und Probentyp 5: 1,6.

(siehe Abb. 3.13a) sind ebenfalls sechs Peaks in den w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}- φ -Messungen zu verzeichnen, jedoch sind diese intensiver als in den z-GaN{200}- φ -Messungen. Daraus ergibt sich ein Intensitätsverhältnis zwischen kubischem und hexagonalem GaN von nur 0,01 - 0,03 bei allen Probentypen, sodass von wenig kubischem Material auszugehen ist. Die Probentypen 1 und 3 (I/A-Verhältnis: 4,4 bzw. 2,3) besitzen in den φ -Messungen sowohl für die hexagonale (Halbwertsbreiten: 8,7° bzw. 7,8°) als auch für die kubische Orientierung (Halbwertsbreiten: 12,5° bzw. 12,0°) die breitesten Peaks. Dahingegen zeigen die Probentypen 2, 4 und 5 (I/A-Verhältnis von 2,9, 1,9 und 1,6) vergleichsweise schmale Peaks, wobei Probentyp 4 die kleinsten Halbwertsbreiten (w-GaN: 2,3°, z-GaN: 4,1°) besitzt. Auffällig ist, dass in eini-

Tab. 3.2: Halbwertsbreiten der w-GaN(0002)-Rockingkurven (RC) und der Peaks aus den φ -Messungen der GaN-Schichten, die bei verschiedenen I/A-Verhältnissen auf Si(111) deponiert wurden.

| Proben- typ | I/A-Verhältnis | FWHM | | |
|----------------|----------------|----------------|-----------------------|------------|
| | | RC w-GaN(0002) | w-GaN{10 $\bar{1}$ 1} | z-GaN{200} |
| 1 | 4,4 | 7,8° | 8,6° | 12,5° |
| 2 | 2,9 | 3,8° | 3,1° | 4,4° |
| 3 | 2,3 | 5,6° | 7,8° | 12,0° |
| 4 | 1,9 | 3,5° | 2,3° | 4,1° |
| 5 | 1,6 | 6,3° | 4,5° | 7,0° |

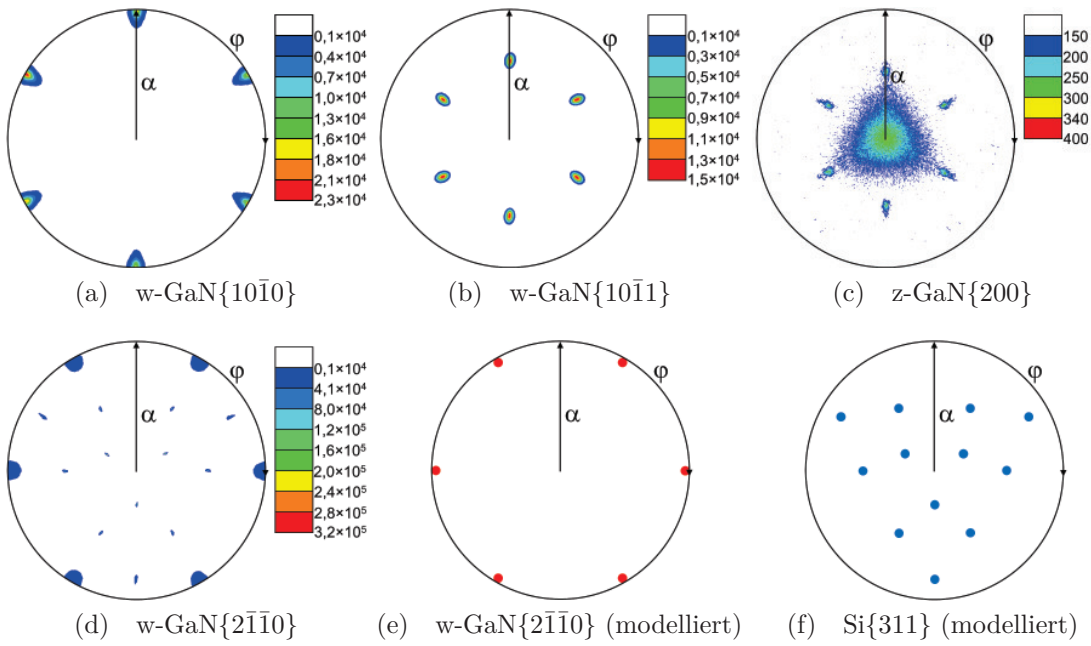


Abb. 3.14: *In plane* Polfigurmessungen (lineare Darstellung) der GaN-Schicht, die bei einem I/A-Verhältnis von 1,9 auf Si(111) deponiert wurde (Probentyp 4). Zusätzlich wurde für die w-GaN{2 $\bar{1}$ 10}-Polfigurmessung eine w-GaN{2 $\bar{1}$ 10}- und eine Si{311}-Polfigur modelliert.

gen φ -Messungen des kubischen Polytyps die Peaks unterschiedliche Intensitäten aufweisen und abwechselnd schwächer und intensiver auftreten. Dies ist auf die Verzwillingung des {111}-orientierten kubischen GaNs zurückzuführen, wobei einer der Zwillingskristallite häufiger vertreten ist als der andere.

Da die vorangegangenen Röntgenbeugungsmessungen vorwiegend die Existenz von hexagonalem GaN bestätigt haben, wurden *in plane* Polfigurmessungen von drei hexagonalen Reflexen und einem kubischen Reflex durchgeführt. Auf diese Weise konnte überprüft werden, ob fehlorientierte Kristallite in den GaN-Schichten vorkommen. Abbildung 3.14 zeigt die *in plane* w-GaN{10 $\bar{1}$ 0}-, w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}-, w-GaN{2 $\bar{1}$ 10}- und z-GaN{200}-Polfigurmessung des Probentyps 4 (I/A-Verhältnis: 1,9). In allen vier Polfigurmessungen sind jeweils sechs der GaN-Schicht zuzuordnende Poldichtemaxima zu erkennen. In der w-GaN{10 $\bar{1}$ 0}- und w-GaN{2 $\bar{1}$ 10}-Polfigurmessung treten sechs Poldichtemaxima der GaN-Schicht ganz außen ($\alpha = 90^\circ$) auf, welche zudem relativ breit sind. Bei der w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}- und z-GaN{200}-Polfigur erscheinen unter einem Winkel von $\alpha = 62^\circ$ bzw. $\alpha = 54^\circ$ sechs Poldichtemaxima, wobei die Poldichtemaxima in der z-GaN{200}-Polfigurmessung schwächer sind, bedingt durch das wenige

kubische Material in der GaN-Schicht. Ein Winkel von $\alpha \approx 62^\circ$ entspricht hierbei dem Schnittwinkel zwischen der c-Ebene und der $\{10\bar{1}1\}$ -Ebene des hexagonalen GaNs und ein Winkel von $\alpha \approx 54^\circ$ dem Schnittwinkel zwischen der $\{111\}$ - und $\{200\}$ -Ebene des kubischen GaNs. Da diese Ebenen bei w-GaN sechsfach bzw. bei z-GaN zweimal dreifach (wegen der Verzwillingung) auftreten, sind in den entsprechenden Polfigurmessungen für c-Achsen-orientiertes w-GaN bzw. für (111)-orientiertes verzwillingtes z-GaN jeweils sechs Maxima unter den zuvor genannten α -Winkeln zu erwarten. Zu bemerken ist weiterhin, dass in allen Polfigurmessungen keine weiteren Poldichtemaxima, welche der GaN-Schicht zuzuordnen sind, auftreten. Folglich kann davon ausgegangen werden, dass nur die bereits detektierten GaN-Orientierungen in den Schichten vorhanden sind. Lediglich die w-GaN $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ -Polfigur weist sehr schmale zusätzliche Poldichtemaxima auf, welche dem Si(111)-Substrat angehören. Da der w-GaN($2\bar{1}\bar{1}0$)- und der Si(311)-Reflex bei ähnlichen 2θ -Winkeln auftreten ($57,8^\circ$ bzw. $56,2^\circ$), sind in der entsprechenden w-GaN $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ *in plane* Polfigurmessung ebenfalls Intensitätsbeiträge des Siliziumsubstrats vorhanden, das heißt, gleichzeitig wurde eine Si $\{311\}$ -Polfigur mit gemessen. Aus der Lage der Poldichtemaxima zueinander (siehe modellierte Polfiguren in Abb. 3.14e und 3.14f) konnte eine eindeutige epitaktische Beziehung zwischen der GaN-Schicht und dem Si(111)-Substrat ermittelt werden, welche lautet: w-GaN(0001)||Si(111) und w-GaN $[2\bar{1}\bar{1}0]$ ||Si $[01\bar{1}]$. Anschaulich beschrieben bedeutet dies, dass die c-Ebene des w-GaNs parallel zur Substratoberfläche gewachsen ist, wobei die a-Achse des w-GaNs parallel zur Si $[01\bar{1}]$ -Richtung lag.

Mit Hilfe von STEM-Untersuchungen war ein tieferer Einblick in die GaN-Schichten möglich, vor allem in den Grenzflächenbereich, an dem Siliziumsubstrat und GaN-Schicht aneinandergrenzen. In Abb. 3.15a ist eine Übersichtsaufnahme des Proben-typs 1 (I/A-Verhältnis: 4,4) dargestellt, wobei innerhalb der GaN-Schicht zusammenhängende und teilweise gegeneinander verdrehte größere Kristallite mit einem Durchmesser von einigen 100 nm zu sehen sind. Wie bereits aus den AFM-Messungen geschlossen wird, liegt kolumnares Wachstum vor. Weitere STEM-Übersichtsmessungen haben gezeigt, dass an der Grenzfläche zum Siliziumsubstrat viele kleinere zueinander

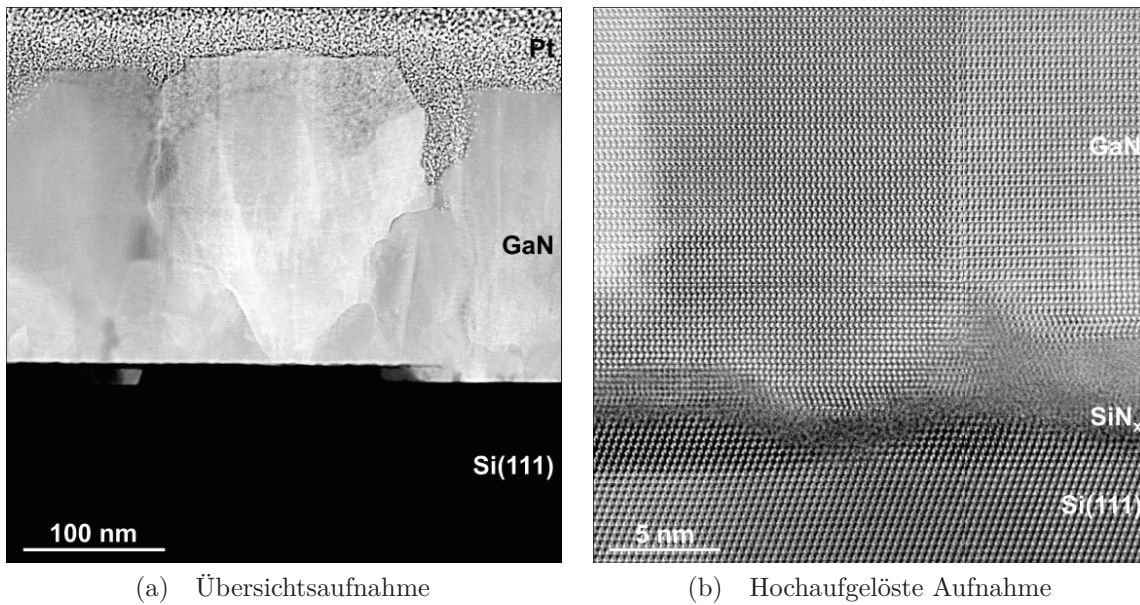


Abb. 3.15: STEM-Übersichtsaufnahme der GaN-Schicht, die bei einem I/A-Verhältnis von 4,4 deponiert wurde (Probentyp 1) und hochaufgelöste STEM-Aufnahme der GaN-Schicht, welche bei einem I/A-Verhältnis von 1,9 deponiert wurde (Probentyp 4).

verdrehte Kristallite zu erkennen sind. Dies bedeutet, dass zu Beginn des Wachstums die GaN-Schicht in Form vieler separierter Kristallite aufwächst, welche stark gegeneinander verdreht und verkippt sind. Etwa 10 nm entfernt vom Grenzflächenbereich sind die Kristallite homogener, wobei nur „bestimmte“ Kristallite, welche aus w-GaN bestanden, weitergewachsen sind und andere Kristallite von ihnen überwachsen wurden. In der STEM-Übersichtsaufnahme ist im rechten Bildbereich ein größeres Ätzloch zu erkennen, das durch eine Galliumkontamination beim Ausheizprozess des Substrats vor der Abscheidung verursacht wurde, denn das GaN-Schichtwachstum begann offensichtlich vom Lochboden aus. Bei näherer Betrachtung des Grenzflächenbereichs von Probentyp 4 (I/A-Verhältnis: 1,9) (Abb. 3.15b) sind kleinere verkippte bzw. verdrehte Kristallite zu erkennen, die komplett von hexagonalem GaN mit der zuvor ermittelten Epitaxiebeziehung zum Siliziumsubstrat überwachsen wurden. Die SiN_x-Zwischenschicht befindet sich in Form eines diffusen Bandes mit dunklerem Kontrast zwischen GaN-Schicht und Siliziumsubstrat, wobei diese im gezeigten Bereich ca. 1-2 nm dick ist. Auffällig ist, dass die SiN_x-Zwischenschicht nicht geradlinig bzw. waagerecht verläuft. Im linken Bildbereich ist die SiN_x-Zwischenschicht sehr dünn

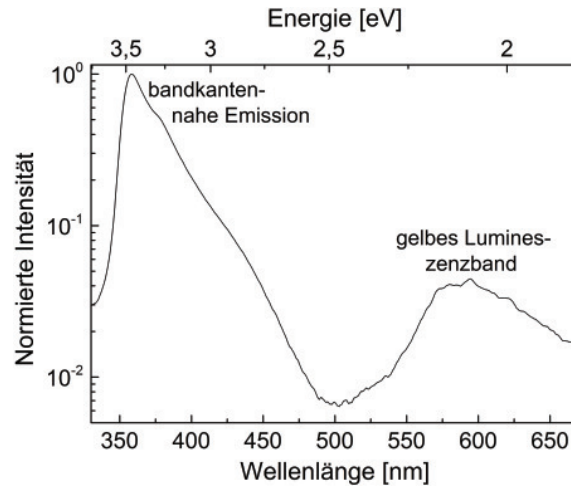


Abb. 3.16: Photolumineszenzmessung der GaN-Schicht, die bei einem I/A-Verhältnis von 2,9 deponiert wurde (Probentyp 2). Die Messung wurde bei 77 K und einer Anregungswellenlänge von 250 nm durchgeführt.

und teilweise kristallin und das daran angrenzende GaN ist trotz diffuser Bereiche eindeutig hexagonal. Derartige Bereiche bilden den Ursprung des epitaktischen Wachstums. Von dort kann die epitaktische Information an die aufwachsende GaN-Schicht übertragen werden. Weiterhin kann eine Kompensation der relativ hohen Gitterfehl-anpassung zwischen GaN-Schicht und Si(111)-Substrat über die teilweise kristalline SiN_x-Zwischenschicht stattfinden, da das hexagonale GaN im Grenzflächenbereich lokal kaum Gitterfehler aufweist. Somit dient die SiN_x-Zwischenschicht nicht nur als Schutz der Siliziumoberfläche vor ankommendem Galliumatomen, sondern vermittelt epitaktische Informationen und trägt zur Kompensation der Gitterfehl-anpassung bei.

Die Photolumineszenzmessungen (PL) dienen dazu, Informationen über die Bandstruktur der Proben typen zu erhalten. Abbildung 3.16 zeigt eine PL-Messung vom Probentyp 2 (I/A-Verhältnis 2,9) bei einer Probentemperatur von 77 K und einer Anregungswellenlänge von 250 nm. Im Wesentlichen lassen sich in der Messung zwei Peaks erkennen. Ein intensiver Peak bei 359 nm (3,45 eV), welcher der bandkanten-nahen Lumineszenz von w-GaN zuzuordnen ist und ein schwacher und breiter Peak im Bereich von 550 nm bis 650 nm, welcher der sogenannten gelben Lumineszenz entspricht. Die gelbe Lumineszenz stammt von der Rekombination an Gitterfehlern und den daraus gebildeten tiefen Störstellen. Laut Literatur würde die bandkan-tennahe Lumineszenz für hexagonales GaN bei einer Energie von 3,47 eV und einer

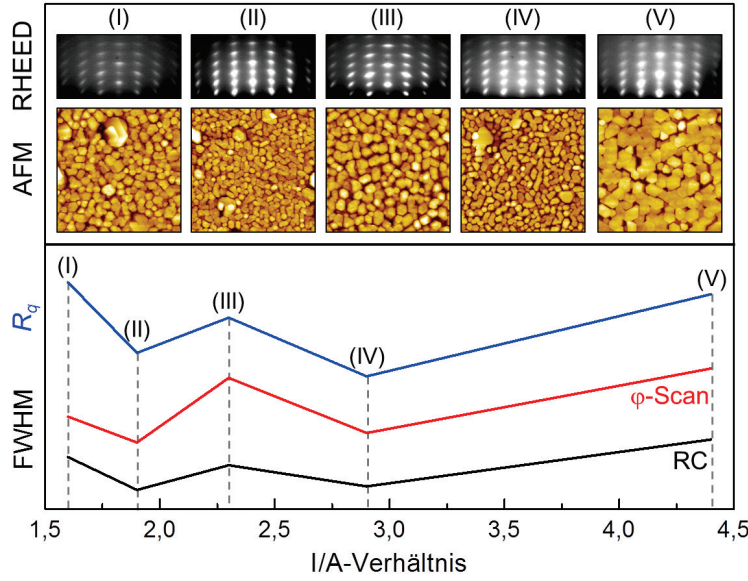


Abb. 3.17: Abhängigkeit der Halbwertsbreite der w-GaN(0002)-Rockingkurven (RC) und der Peaks aus den w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}- φ -Messungen (φ -Scan), sowie der RMS-Rauheit ermittelt durch AFM, der Topografie und der kristallinen Oberflächenstruktur der auf Si(111) deponierten GaN-Schichten vom I/A-Verhältnis.

Probentemperatur von 0 K erwartet werden [21]. Da hier die Temperatur der Probe mit 77 K höher lag, ist mit einer Verschiebung zu niedrigeren Energien zu rechnen. Insofern stimmt die Peakposition der bandkantennahen Lumineszenz in der Messung mit dem Literaturwert überein. Weiterhin kann bei einer Wellenlänge von 377 nm (3,29 eV) ein weiterer Peak vermutet werden, der jedoch fast vollständig von der bandkantennahen Emission des hexagonalen GaNs verdeckt wird. Dieser Peak könnte von geringen Anteilen kubischen GaNs stammen. Er könnte aber auch auf Defekte im Material, wie beispielsweise Stapelfehler, hindeuten.

Zusammenfassung: Es wurde ein epitaktisches Wachstum von GaN-Schichten auf 7 \times 7-rekonstruierten und ionenbestrahlten Si(111)-Substraten demonstriert. Bei einem I/A-Verhältnis von 1,9 (Probentyp 4) konnten die besten Resultate im Hinblick auf kristalline und optische Qualität erzielt werden (siehe Abb. 3.17). Aus diesem Grund wurde im nachfolgenden Abschnitt, welcher sich mit dem Wachstum von GaN-Schichten auf strukturierten Si(111)-Substraten befasst, ein I/A-Verhältnis von 1,9 verwendet.

3.4 Wachstum von GaN-Schichten auf strukturierten Si(111)-Substraten

Wie im vorangegangenen Abschnitt beschrieben, soll eine nanostrukturierte Si(111)-Oberfläche zu einer besseren Benetzbarkeit führen und damit letztlich zu dichteren, geschlossenen GaN-Schichten, sodass diese nicht mehr in Form von separierten Kristalliten/Säulen wachsen. Zu diesem Zweck wurden feine Rippelstrukturen mit einer Wellenlänge von ca. 50 nm und einer Strukturhöhe von 2 - 4 nm, sowie größere Terrassenstrukturen mit einer Wellenlänge von 200 - 300 nm und einer Strukturhöhe von 10 - 20 nm ausgewählt (siehe Abb. 3.18). Die Strukturierung erfolgte durch Bestrahlung der Si(111)-Oberflächen mit einem 600 eV Kryptonionenstrahl bei Raumtemperatur. Für die Rippelstruktur betrug der Einfallswinkel bezüglich der Oberflächennormalen $73,5^\circ$ und für die Terrassenstruktur 80° . Diese nanostrukturierten Substrate wurden am IOM Leipzig hergestellt, wobei nähere Informationen zur Strukturherstellung [109] zu entnehmen sind. An dieser Stelle ist zu bemerken, dass die Substrate nach dem Strukturierungsprozess eine amorphe Schicht an der Oberfläche von einigen Nanometern Dicke besaßen.

Aus Gründen der Vergleichbarkeit wurden die nanostrukturierten Substrate, wie in Abschnitt 3.2 beschrieben, vorbehandelt. Die Substrate wurden für 30 s in BHF getaucht und anschließend für 5 min in deionisiertem Wasser gelagert. Danach wurden die Substrate in das IBA-MBE-System eingeschleust und für 10 min bei 950°C thermisch behandelt. Dabei war zu überprüfen, ob die Strukturen nach dem Ausheizprozess in der ursprünglichen Form vorhanden waren und ob die zuvor amorphen Oberflächenstrukturen rekristallisieren und die Oberfläche lokal rekonstruieren konnte. Mittels RHEED konnte nach dem Heizen der nanostrukturierten Substrate auf 950°C eine Rekonstruktion der Siliziumoberfläche beobachtet werden. Die anschließenden *in vacuo* LEED-Messungen (hier nicht gezeigt) ergaben, dass die Oberflächen kristallin waren und sogar, zumindest lokal, eine 7×7 -Rekonstruktion aufwiesen, welche bei den Terrassenstrukturen nur sehr schwach erkennbar war. Es kann deshalb

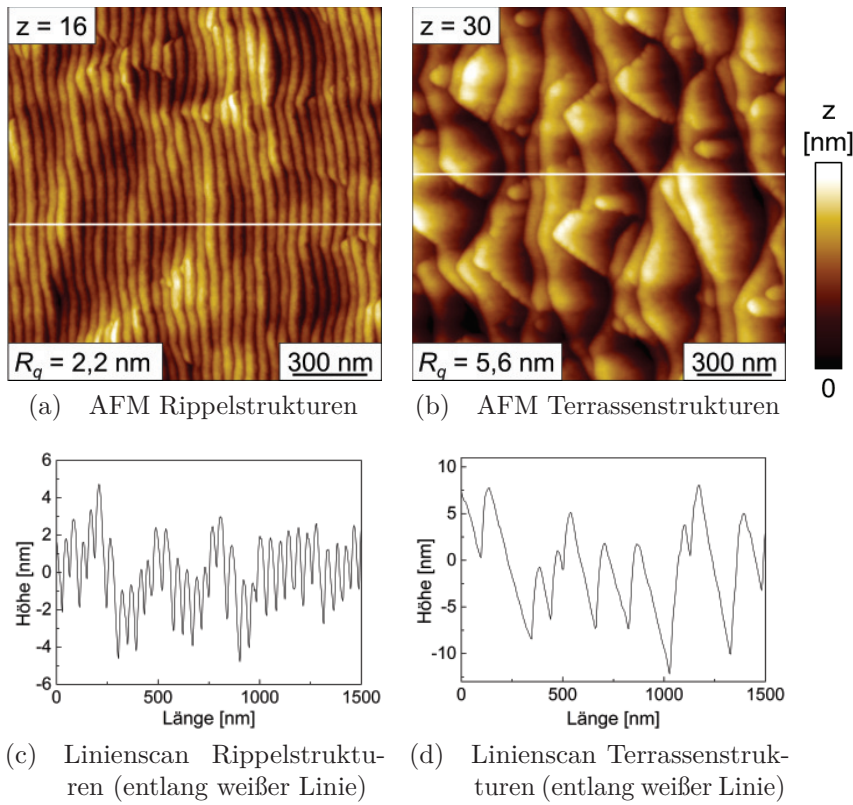


Abb. 3.18: Topografieaufnahmen ($1,5 \times 1,5 \mu\text{m}^2$) gemessen mit AFM (oben) mit zugehörigen Linienscans (unten) für die unterschiedlich strukturierten Si(111)-Substrate.

von einer Rekristallisation der nanostrukturierten Siliziumoberflächen ausgegangen werden. Weiterhin konnte mittels AFM bestätigt werden, dass die Strukturen nach dem Heizen vorhanden waren, jedoch nun aus vielen kleinen Kristalliten bestanden (siehe Abb. 3.19).

Nach der Bestätigung, dass die Strukturen nach dem Heizprozess vorhanden waren und rekristallisieren konnten, wurde als nächster Schritt die hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung der strukturierten Siliziumoberflächen vorgenommen, um auch hier eine dünne SiN_x -Schicht zu erzeugen. Die strukturierten Substrate wurden

Tab. 3.3: Si(111)-Substratstrukturierungen für die verschiedenen Probentypen, wobei die Depositionsparameter für alle Probentypen identisch waren.

| Probentyp | Substratstrukturierung |
|-----------|------------------------|
| 6 | keine |
| 7 | Rippelstrukturen |
| 8 | Terrassenstrukturen |

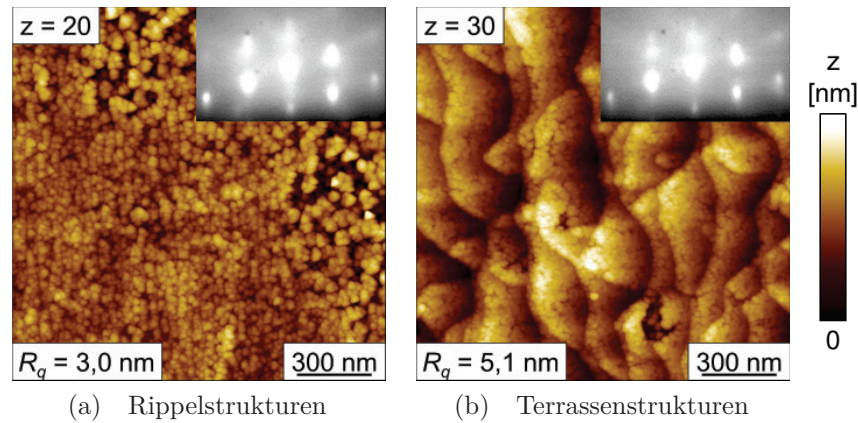


Abb. 3.19: Topografieaufnahmen ($1,5 \times 1,5 \mu\text{m}^2$) gemessen mit AFM mit zugehörigen 30 keV RHEED-Beugungsbildern (Elektronenstrahl parallel zur $\text{Si}[01\bar{1}]$ -Richtung) für die strukturierten $\text{Si}(111)$ -Substrate, welche für 10 min auf 950°C geheizt und anschließend mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bei 700°C mit Stickstoffionen bestrahlt wurden. Es ist zu bemerken, dass die Topografie der strukturierten Substrate bereits nach dem Heizen auf 950°C sehr ähnlich hierzu aussah.

direkt nach dem Heizen von 950°C auf 700°C abgekühlt und mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (120 min) mit Stickstoffionen bestrahlt. In Abb. 3.19 sind die AFM-Topografieaufnahmen mit den zugehörigen RHEED-Beugungsbildern nach der Ionenbestrahlung der strukturierten Siliziumoberflächen dargestellt. Es ist erkennbar, dass sich die Strukturen verändert haben, da diese nun aus vielen kleinen Kristalliten bestehen, welche bereits nach dem Heizprozess vorhanden waren. Bei den Rippelstrukturen sind die Rippel lediglich ansatzweise zu sehen, da sie aus reihenförmig angeordneten kleinen Kristalliten bestehen. Die Terrassenstrukturen dagegen sind vorwiegend in ihrer ursprünglichen Form vorhanden und weisen an der Oberfläche kleinere Strukturen/Kristallite auf. Mittels *in vacuo* AES-Messungen (hier nicht gezeigt) wurde nachgewiesen, dass sich während der Stickstoffionenbestrahlung der strukturierten $\text{Si}(111)$ -Substrate eine SiN_x -Schicht ausgebildet hat.

Anschließend konnte mit der GaN-Schichtdeposition auf den mit Stickstoffionen bestrahlten nanostrukturierten $\text{Si}(111)$ -Substraten begonnen werden. Zum Vergleich wurde eine GaN-Schicht mit identischen Depositionsparametern auf ein glattes Siliziumsubstrat deponiert (identische Substratvorbehandlung bis auf die Strukturierung, Probentyp 6). Die GaN-Schichten, welche auf die Substrate mit Rippel- bzw. Terrassenstrukturen deponiert wurden, werden im folgenden als Probentypen 7

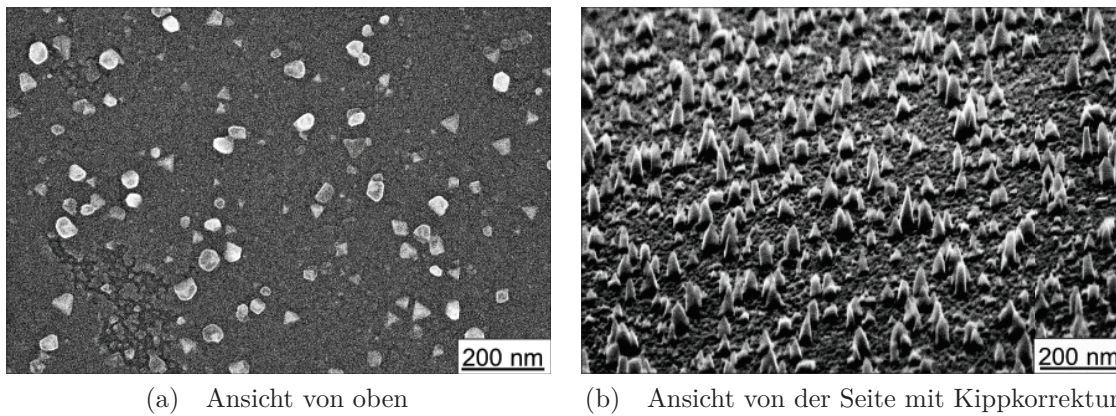


Abb. 3.20: SEM-Aufnahmen einer planaren Si(111)-Oberfläche nach einer Bestrahlung mit hyperthermischen Stickstoffionen (Fluenz: $2,4 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) mit heißer, aber geschlossener Galliumeffusionszelle bei einer Substrattemperatur von 700 °C.

und 8 bezeichnet (siehe Tab. 3.3). Die Ergebnisse aus dem vorangegangenen Abschnitt 3.3 nutzend, wurde ein I/A-Verhältnis von 1,9 ausgewählt (Galliumfluss: $0,84 \times 10^{14}$ Atome $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$), da bei diesem Verhältnis die höchste Schichtqualität auf den planaren Si(111)-Substraten erzielt wurde. Die Substrattemperatur betrug wiederum 700 °C während der Deposition und die Depositionsdauer ca. 120 min. Bei diesen drei Probentypen gab es eine Besonderheit im Vergleich zu den vorangegangenen Depositionsprozessen, und zwar wurden während der Ionenbestrahlung der Siliziumsubstrate sehr geringe Mengen Gallium auf die Substrate gebracht, welche einzelne w-GaN-Kristallite mit c-Achsen-Orientierung bildeten (Abb. 3.20). Diese vor der Deposition gebildeten GaN-Kristallite sorgten, wie noch nachzuweisen ist, für ein „besseres“ Aufwachsen der GaN-Schichten und führten zu einer erhöhten Schichtqualität (siehe Halbwertsbreiten der w-GaN(0002)-Rockingkurven). Die sehr kleinen Galliummengen gelangten während der Stickstoffionenbestrahlung von der geschlossenen, aber heißen Galliumeffusionszelle auf das Substrat und hatten dort ausreichend Zeit um sich mit den gelieferten Stickstoffatomen zu GaN zu verbinden und um sich epitaktisch zum Silizium zu orientieren. Eine Abschätzung der Galliummenge, welche während der Stickstoffionenbestrahlung (Fluenz: $2,4 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) auf das Substrat gelangen konnte, erfolgte anhand der gemessenen SEM-Aufnahmen (Abb. 3.20). Die Fluenz wurde bewusst von $1,2$ auf $2,4 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} erhöht,

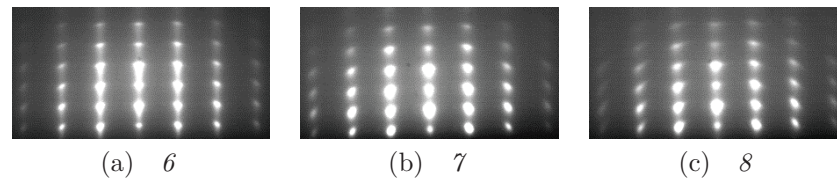


Abb. 3.21: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur w-GaN[11 $\bar{2}$ 0]-Richtung) der GaN-Schichten, die auf unterschiedlich strukturierten und mit heißer Galliumeffusionszelle ionenbestrahlten Si(111)-Substraten deponierten wurden. Bei Probentyp 6 handelt es sich um GaN auf glattem Si(111), bei Probentyp 7 um GaN auf Si(111) mit Rippelstrukturen und bei Probentyp 8 um GaN auf Si(111) mit Terrassenstrukturen.

damit für die anschließende Analyse mehr Material vorhanden war. Aus den SEM-Aufnahmen ergab sich eine mittlere Belegung von ca. 7% der Siliziumoberfläche mit GaN-Kristalliten. Aus der gekippten SEM-Aufnahme (Abb. 3.20b) konnte die mittlere Höhe dieser kegelförmigen GaN-Kristalle zu ca. 85 nm abgeschätzt werden, sodass dies einer nominellen, das heißt, einer homogen auf die Oberfläche verteilten Schichtdicke von 2 nm (8 Monolagen GaN) entsprechen würde. Somit würde sich für eine Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} eine nominelle Schichtdicke von 1 nm (4 Monolagen GaN) ergeben, wobei diese bereits vor der Deposition vorhandenen GaN-Kristallite hilfreich für das nachfolgende Wachstum der GaN-Schichten waren.

Anhand der punktförmigen Reflexe in den RHEED-Beugungsbildern (Abb. 3.21) der auf den unterschiedlich strukturierten Siliziumsubstraten deponierten GaN-Schichten wird deutlich, dass alle drei GaN-Schichten dreidimensional gewachsen sind und eine hohe Oberflächenrauheit besitzen. Aufgrund der Anordnung der punktförmigen Beugungsreflexe ist davon auszugehen, dass die GaN-Schichten hauptsächlich aus w-GaN bestehen. Bei dem Probentyp 6 (GaN auf glattem Si(111)) sind die Reflexe am schmalsten, im Vergleich zu den anderen beiden Probentypen, ausgeprägt und es sind Ansätze von strichförmigen Beugungsreflexen vorhanden, sodass es bei diesem Probentypen lokal glatte Flächen mit zweidimensionalen Wachstumsstrukturen geben muss. Bei den anderen beiden GaN-Schichten (GaN auf Si(111) mit Rippel- (Probentyp 7) bzw. Terrassenstrukturen (Probentyp 8)) sind die punktförmigen Beugungsreflexe breiter und voneinander separiert, sodass die Kristallite gegenüber der Wachstumsrichtung stärker verkippt und verdreht sind und ausschließlich dreidimensionales

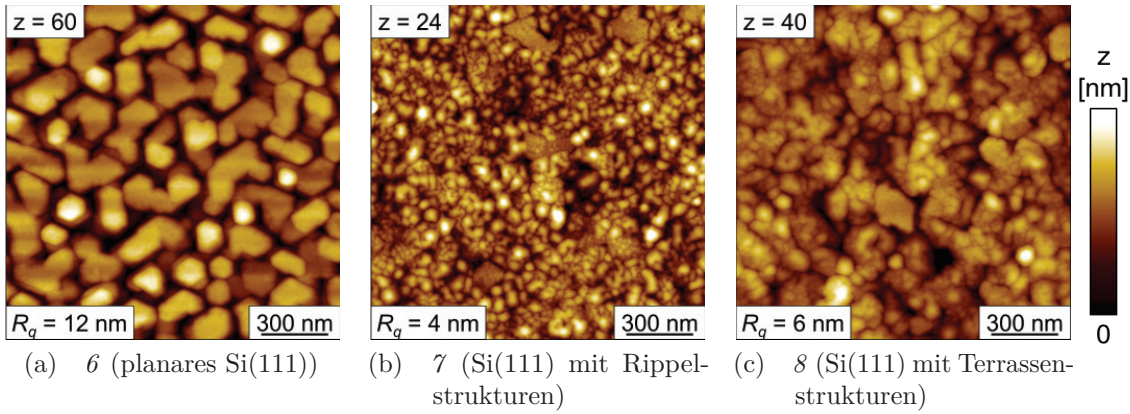


Abb. 3.22: AFM-Topografieaufnahmen ($1,5 \times 1,5 \mu\text{m}^2$) der GaN-Schichten, die auf unterschiedlich strukturierten Si(111)-Substraten deponiert wurden.

Wachstum vorherrschte.

In den AFM-Topografieaufnahmen (Abb. 3.22) sind starke Unterschiede zwischen den einzelnen GaN-Schichten erkennbar. Bei dem Probentyp 6 (GaN auf glattem Si(111)) ist die Schicht säulenartig gewachsen, wobei die Säulen teilweise zusammengewachsen sind und einige der Säulen eine hexagonale Form aufweisen. Die Deckflächen der Säulen sind eben und parallel zur Substratoberfläche angeordnet. Dies erklärt die strichförmigen Ansätze der RHEED-Beugungsreflexe. Dagegen erscheinen die GaN-Schichten der Probentypen 7 und 8 (GaN auf Si(111) mit Rippel- bzw. Terrassenstrukturen) kompakter und dichter. Beide Probentypen zeigen viele kleinere Körner an der Oberfläche auf, welche bei Probentyp 7 einen geringeren Durchmesser als bei Probentyp 8 besitzen. Jedoch lässt sich anhand der Form dieser Körner keine kristalline Orientierung abschätzen. Insofern scheint eine vorangegangene Substratstrukturierung zu dichteren und geschlosseneren GaN-Schichten zu führen. Zum weiteren Vergleich der kristallinen Qualität wurden XRD-Analysen durchgeführt.

Mit Hilfe von XRD $2\theta/\omega$ -Messungen (Abb. 3.23) konnte die Präsenz von hexagonalem GaN bestätigt werden. Da keine weiteren Orientierungen gefunden wurden, handelt es sich ausschließlich um c-Achsen-orientiertes w-GaN. Weiterhin ist in den 1° -GID-Messungen an der Winkelposition des w-GaN(0002)-Reflexes sehr wenig Intensität vorhanden, sodass davon ausgegangen werden kann, dass die Kristallite

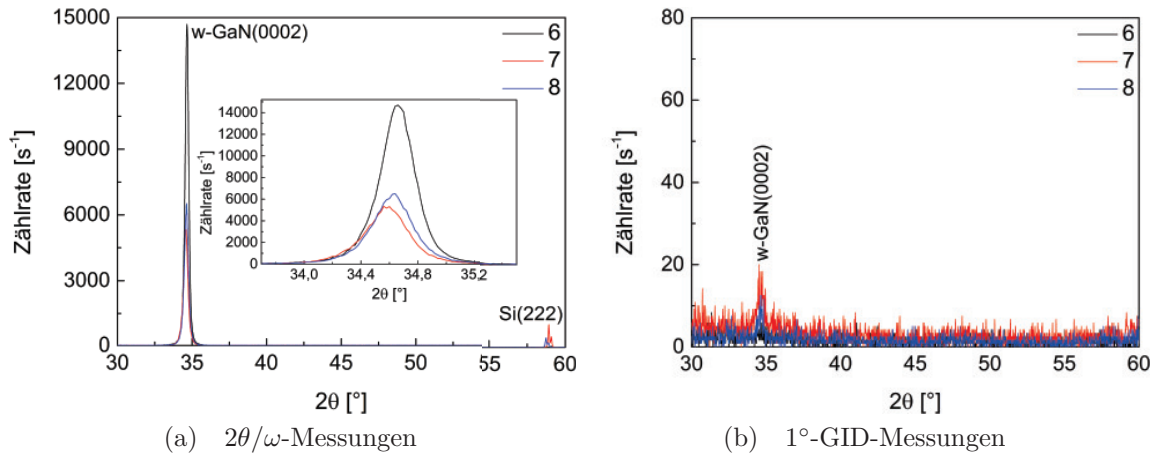


Abb. 3.23: XRD $2\theta/\omega$ - und 1° -GID-Messungen der GaN-Schichten, welche auf unterschiedlich strukturierten Si(111)-Substraten deponiert wurden. Bei Probenotyp 6 handelt es sich um GaN auf glattem Si(111), bei Probenotyp 7 um GaN auf Si(111) mit Rippelstrukturen und bei Probenotyp 8 um GaN auf Si(111) mit Terrassenstrukturen.

keine allzu breite Verkippvverteilung um die Wachstumsrichtung besitzen. Durch Rockingkurvenmessungen des w-GaN(0002)-Reflexes konnten diese Verkippvverteilungen genauer quantifiziert werden.

Die zugehörigen w-GaN(0002)-Rockingkurven besitzen Halbwertsbreiten im Bereich von $2,0^\circ$ bis $3,0^\circ$ (siehe Abb. 3.24 bzw. Tab. 3.4), wobei der Probenotyp 6 (GaN auf glattem Si(111)) die schmalste Rockingkurve aufweist und der Probenotyp 8 (GaN auf Si(111) mit Terrassenstrukturen) die breiteste. An dieser Stelle ist noch einmal zu erwähnen, dass die Halbwertsbreiten der Rockingkurven kleiner sind, wenn während der Bestrahlung mit Stickstoffionen geringe Mengen Gallium auf das Substrat deponiert werden (Halbwertsbreite ohne diesen Schritt auf glattem Si(111): $3,5^\circ$). Auffällig ist, dass die Rockingkurve vom Probenotyp 8 nicht symmetrisch ist und stattdessen einen Ausläufer zu negativen Winkeln hin aufweist. Um zu überprüfen, ob dieser Ausläufer auf die terrassenförmige Strukturierung des Si(111)-Substrats zurückzuführen ist, wurden weitere Rockingkurvenmessungen durchgeführt, wobei die Probe um 90° , 180° und 270° um die Oberflächennormale gedreht wurde. Der Ausläufer ist nur bei Verdrehungen um 0° zu negativen Winkeln bzw. bei 180° zu positiven Winkeln zu beobachten. Bei Probendrehungen um 90° und 270° ist der Ausläufer nicht vorhanden, das heißt, die Rockingkurve ist symmetrisch und dadurch schmaler.

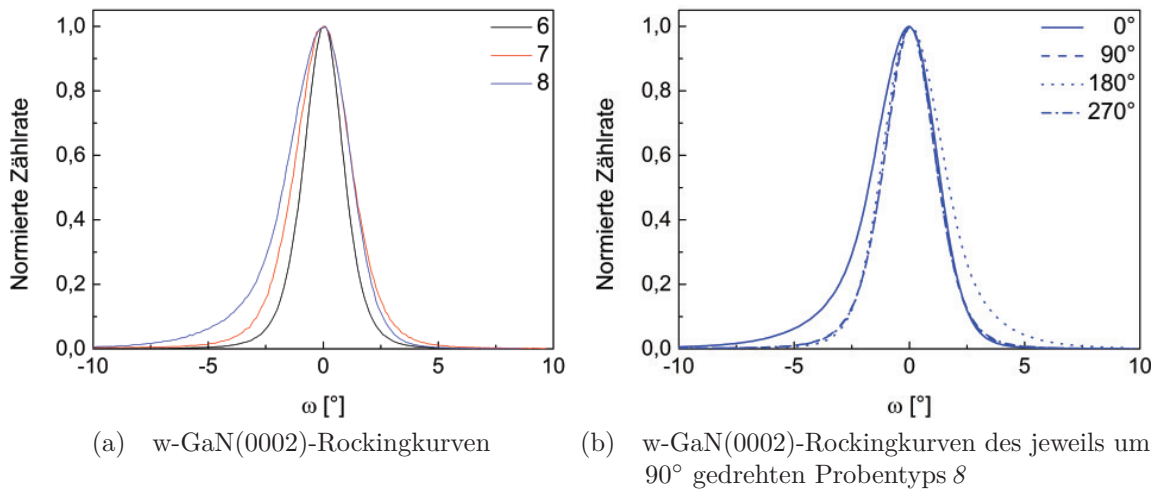


Abb. 3.24: XRD w-GaN(0002)-Rockingkurven der GaN-Schichten, die auf strukturierten Si(111)-Substraten deponiert wurden, sowie die Rockingkurvenmessungen des Probenotyps 8 (GaN auf Si(111) mit Terrassenstrukturen), der jeweils um 90° um die Oberflächennormale gedreht wurde. Probenotyp 6 ist die GaN-Schicht, die auf glattem Si(111) deponiert wurde und Probenotyp 7 die GaN-Schicht auf Si(111) mit Rippelstrukturen.

Daraus folgt, dass der Ausläufer auf die Substratstrukturierung zurückzuführen ist und eine stärkere Verkippung der Kristallite entsprechend der Terrassenanordnung vorliegt. Offensichtlich sind die GaN-Kristallite senkrecht zu den Terrassenstrukturen gewachsen, statt senkrecht zur ursprünglichen Substratoberfläche.

Die φ -Messungen der drei GaN-Schichten (Abb. 3.25) zeigen sowohl für die hexagonale als auch für die kubische GaN-Phase sechs intensive Peaks. Daraus folgt, dass ein epitaktisches Wachstum der GaN-Schichten auf den verschiedenen strukturierten Si(111)-Substraten nachweisbar ist. Die z-GaN{200}- φ -Messungen weisen wieder die Besonderheit auf, dass die Beiträge von einer der beiden Zwillingsorientierungen intensiver sind als die anderen. Die zugehörigen Halbwertsbreiten (Tab. 3.4) bewegen

Tab. 3.4: Halbwertsbreiten von den gemessenen w-GaN(0002)-Rockingkurven, sowie von den Peaks aus den w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}- und z-GaN{200}- φ -Messungen der GaN-Schichten, die auf unterschiedlich strukturierten Si(111)-Substraten deponiert wurden.

| Proben- typ | Substrat- oberfläche | FWHM | FWHM φ -Messungen | |
|----------------|-------------------------|----------------|---------------------------|------------|
| | | RC w-GaN(0002) | w-GaN{10 $\bar{1}$ 1} | z-GaN{200} |
| 6 | planar | 2,0° | 1,9° | 2,9° |
| 7 | Rippelstrukturen | 2,8° | 2,4° | 3,3° |
| 8 | Terrassenstrukturen | 3,0° | 2,4° | 3,2° |

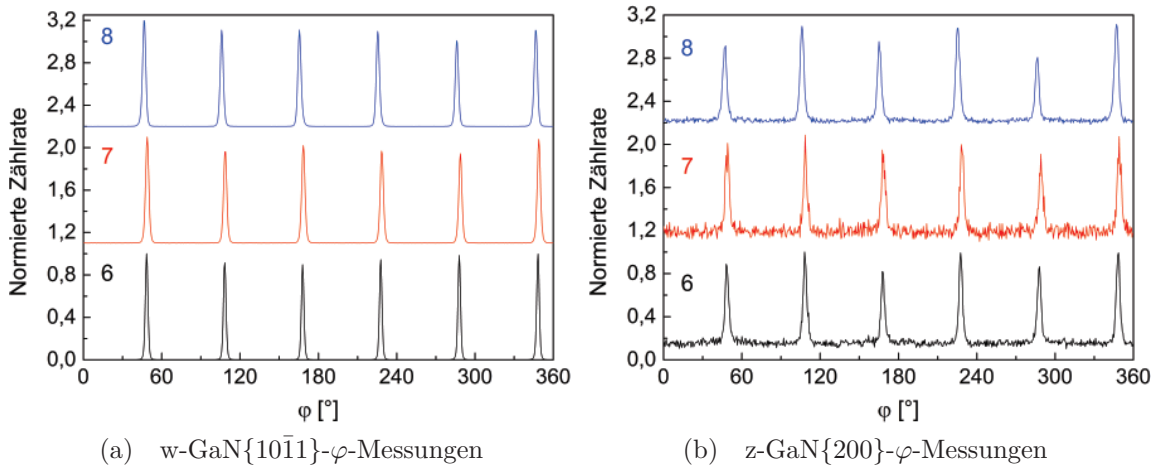


Abb. 3.25: w-GaN{10 $\bar{1}1$ }- und z-GaN{200}- φ -Messungen von den GaN-Schichten, die auf unterschiedlich strukturierten Si(111)-Substraten deponiert wurden. Probenotyp 6 ist GaN auf glattem Si(111), Probenotyp 7 GaN auf Si(111) mit Rippelstrukturen und Probenotyp 8 GaN auf Si(111) mit Terrassenstrukturen.

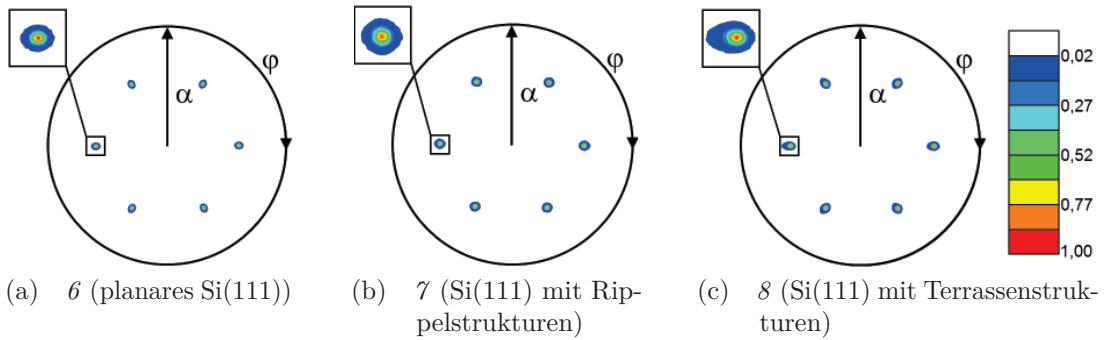


Abb. 3.26: *In plane* w-GaN{10 $\bar{1}1$ }-Polfigurmessungen von den GaN-Schichten, welche auf unterschiedlich strukturierten Si(111)-Substraten deponiert wurden. Die Polfiguren wurden hinsichtlich ihrer Intensität normiert und sind für alle drei Probenotypen linear und im selben Intensitätsbereich dargestellt. Die vergrößerten Ausschnitte der Poldichtemaxima zeigen eine Asymmetrie im Fall von Probenotyp 8.

sich im Bereich von 1,9° bis 2,4° für die hexagonale GaN-Phase. Der Probenotyp 6 zeigt hierbei die kleinsten Halbwertsbreiten auf und die Probenotypen 7 und 8 die größten Halbwertsbreiten. Für die kubischen Phasenanteile sind die Halbwertsbreiten mit 2,9° bis 3,3° größer, wobei der Probenotyp 6 wieder die schmalsten Peaks besitzt. Es ist zu bemerken, dass die Probenotypen 7 und 8 fast identische Halbwertsbreiten in den φ -Messungen besitzen, sodass von einer ähnlichen Verkipfung der Kristallite in azimuthaler Richtung auszugehen ist.

In Abb. 3.26 sind die normierten und im gleichen Intensitätsbereich skalierten

in plane w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}-Polfigurmessungen der drei Probentypen dargestellt. Für alle drei Probentypen besitzen die Polfiguren sechs Poldichtemaxima, wobei der Probentyp 6 die schmalsten Poldichtemaxima aufweist. Die Poldichtemaxima der beiden anderen Probentypen sind breiter und bei Probentyp 8 ist, wie zuvor in den Rockingkurvenmessungen, ein Ausläufer zu beobachten, der bei allen sechs Poldichtemaxima auftritt. Die ermittelten Halbwertsbreiten (siehe Tab. 3.5) zeigen jedoch, dass sowohl in α - als auch in φ -Richtung bei Probentyp 7 die schmalsten Maxima zu finden sind. Die Probentypen 6 und 8 besitzen in beiden Winkelrichtungen größere Halbwertsbreiten, wobei der Probentyp 8 aufgrund des Ausläufers den höchsten Wert für die Halbwertsbreite in α -Richtung aufweist.

Die STEM-Messungen sollten mehr Aufschluss darüber geben, wie sich die GaN-Schichten auf den strukturierten Si(111)-Substraten von denen auf den planaren Si(111)-Substraten unterscheiden. In den Querschnittsaufnahmen (Abb. 3.27) sind wiederum große Unterschiede zwischen den drei Probentypen erkennbar. Bei Probentyp 6 sind separierte und lokal aneinandergrenzende Kristallite vorhanden. Im grenzflächennahen Bereich zum Substrat sind viele kleinere verkippte und verdrehte Kristallite zu finden, sodass zum Wachstumsbeginn ein polykristallin-texturiertes Wachstum stattfand und erst beim darauffolgenden Wachstum eine bestimmte Orientierung dominierte. Zudem sind oftmals an den Stellen, an denen die Kristallite aneinandergrenzen, kleine Ätzlöcher im Substrat erkennbar (in Abb. 3.27a mit weißen Pfeilen markiert), sodass durch die SiN_x-Zwischenschicht die Siliziumoberfläche nicht vollständig vor Galliumatomen geschützt war bzw. bereits Galliumatome vor der Ionenbestrahlung auf das Substrat gelangen konnten. Die beiden anderen Probentypen

Tab. 3.5: Halbwertsbreiten der Poldichtemaxima aus den in plane w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}-Polfigurmessungen in α - und φ -Richtung.

| Proben- typ | Substrat- oberfläche | FWHM | |
|----------------|-------------------------|--------------------|---------------------|
| | | α -Richtung | φ -Richtung |
| 6 | planar | 2,7° | 3,5° |
| 7 | Rippelstrukturen | 2,5° | 2,3° |
| 8 | Terrassenstrukturen | 3,1° | 3,2° |

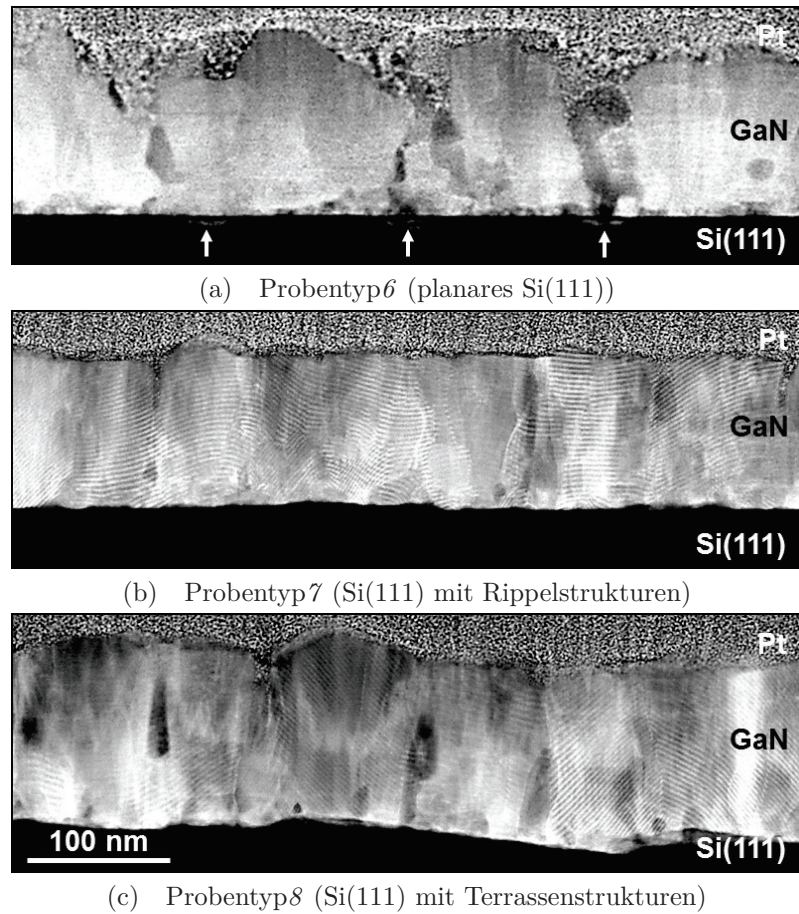


Abb. 3.27: STEM-Übersichtsaufnahmen der GaN-Schichten, die auf unterschiedlich strukturierten Si(111)-Substraten deponiert wurden. Die weißen Pfeile in der Aufnahme von Probentyp 6 markieren die durch Gallium verursachten Ätzlöcher im Siliziumsubstrat.

pen weisen dagegen, wie bereits in den AFM-Messungen angedeutet, dichtere und geschlosseneren GaN-Schichten auf. Bei Probentyp 7 (Abb. 3.27b) ist die Schicht homogener und besitzt eine geringe Oberflächenrauheit, jedoch sind ebenfalls viele kleinere verdrehte und verkippte Kristallite vor allem im Grenzflächenbereich und in der GaN-Schicht erkennbar. Weiterhin sind andeutungsweise die Rippelstrukturen der Substratoberfläche vorhanden, wobei keine Ätzlöcher im gezeigten Bereich zu finden sind. In der STEM-Aufnahme von Probentyp 8 (Abb. 3.27c) sind die Terrassenstrukturen an der Substratoberfläche präsent. Die darauf deponierte GaN-Schicht verläuft parallel zu diesen Terrassen und ist, wie bereits aus den Rockingkurvenmessungen gefolgert, senkrecht zu den Terrassen gewachsen. Weiterhin zeigt diese GaN-Schicht die meisten Inhomogenitäten innerhalb der Schicht, wodurch von dem Vorhandensein von vielen verkippten und verdrehten Kristalliten auszugehen ist.

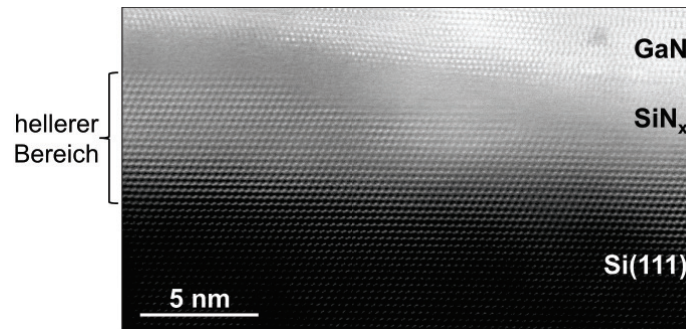


Abb. 3.28: Hochauflöste STEM-Messung des Grenzflächenbereichs zwischen GaN-Schicht und Si(111)-Substrat von Probentyp 8 (GaN auf Si(111) mit Terrassenstruktur).

Die Auswertung der hochauflösten STEM-Messungen der Probentypen 7 und 8 ergab, dass die Rippel- und Terrassenstrukturen kristallin sind. In den Aufnahmen von Probentyp 8 waren hellere kristalline Bereiche zu finden, welche sich unmittelbar unterhalb der SiN_x-Zwischenschicht im Siliziumsubstrat befanden und eine vertikale Ausdehnung von ca. 5 nm besaßen (siehe Abb. 3.28). Eine EDX-Analyse dieser helleren Bereiche ergab (hier nicht gezeigt), dass sich darin Gallium und Stickstoff in signifikanten Mengen befinden, wobei Gallium teilweise in einer Konzentration von bis zu 40 at.% vorhanden war. Da sich die SiN_x-Schicht oberhalb des helleren Bereichs befindet, liegt es nahe, dass Gallium und Stickstoff bereits während des Heizprozesses des strukturierten Si(111)-Substrats und der dabei stattfindenden Siliziumrekristallisation in die Siliziumoberfläche eingebaut wurden. Vermutlich sind beide Komponenten während des Heizprozesses vom mit GaN belegten Probenhalter desorbiert und haben mit den zuvor amorphen Oberflächenstrukturen des strukturierten Siliziumsubstrates reagiert. Bemerkenswert ist, dass trotz dieser Kontamination das Siliziumgitter in den helleren Bereichen zu erkennen ist und dass in diesem Fall die Bestrahlung mit Stickstoffionen eine teilweise amorphe SiN_x-Zwischenschicht generiert hat. Ungeklärt bleibt, ob die Gallium- und Stickstoffatome in das Siliziumgitter eingebaut wurden oder ob sie sich auf Zwischengitterplätzen befinden. Offenbar schien dieser Prozess anhand der zuvor gezeigten Ergebnisse keine bedeutenden Auswirkungen auf das nachfolgende GaN-Schichtwachstum zu haben. Zu bemerken ist weiterhin, dass solche helleren Bereiche nicht bei den Siliziumsubstraten mit

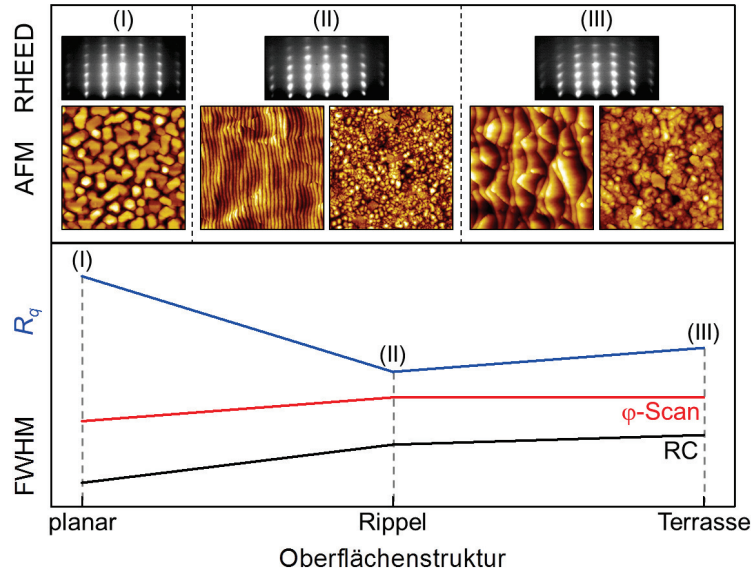


Abb. 3.29: Abhängigkeit der Halbwertsbreite der w-GaN(0002)-Rockingkurven (RC) und der Peaks aus den w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}- ϕ -Messungen (ϕ -Scan), sowie der RMS-Rauheit ermittelt mit AFM, der Topografie und der kristallinen Oberflächenstruktur der auf Si(111) deponierten GaN-Schichten von der Oberflächenstrukturierung der Si(111)-Substrate. Für die Rippel- und Terrassenstrukturen ist jeweils links eine AFM-Aufnahme der Oberfläche direkt nach der Strukturierung dargestellt.

Rippelstrukturen zu finden waren. Der amorphe Oberflächenbereich war bei den Rippelstrukturen sehr dünn und somit konnten während der Rekristallisation kaum Gallium- und Stickstoffatome eingebaut werden.

Zusammenfassung: Durch eine der GaN-Schichtdeposition vorangehende Substratstrukturierung konnte die Benetzbarkeit der Siliziumoberfläche in einem der untersuchten Fälle erhöht werden, wodurch dichtere und geschlossenere GaN-Schichten mit geringerer Rauheit erzielt wurden (siehe Abb. 3.29). Gleichzeitig zeigten die GaN-Schichten auf den strukturierten Substraten eine niedrigere kristalline Qualität (breitere Mosaikverteilung der Kristallite), sodass sich unter diesem Aspekt betrachtet die Strukturierung als nachteilig erwies.

3.5 Wachstum von GaN-Schichten auf Si(100)-Substraten

Die (100)-Orientierung von Silizium ist für technologische Anwendungen interessanter, da viele elektronische Anwendungen auf Si(100) basieren. Die Gitterfehlanpassung zwischen z-GaN und Si(100) beträgt ebenfalls -17% und es besteht die Möglichkeit, dass Löcher in die (100)-Oberfläche durch Galliumatome geätzt werden („melt-back etching“). In der Literatur existieren wenige Arbeiten über epitaktisches Wachstum von GaN auf Si(100). Um die Si(100)-Oberfläche vor Galliumatomen zu schützen, haben andere Arbeitsgruppen Pufferschichten, wie zum Beispiel AlN [107, 110], SiC [111] oder Zinkoxid (ZnO) [112] benutzt, jedoch kamen nur selten SiN_x-Zwischenschichten zum Einsatz [113–115]. Insofern stellt die Verwendung einer SiN_x-Zwischenschicht, generiert durch eine Bestrahlung der Si(100)-Oberfläche mit hyperthermischen Stickstoffionen, in Kombination mit dem ionenstrahlgestützten Wachstum der GaN-Schichten, eine einzigartige Methode dar.

In den folgenden Abschnitten wird erläutert, wie sich verschiedene Fluenzen bei der Bestrahlung der Si(100)-Oberfläche mit Stickstoffionen, unterschiedliche Substrattemperaturen und I/A-Verhältnisse auf das GaN-Schichtwachstum auswirken. Anschließend werden die Ergebnisse der GaN-Schichten auf Si(100)-Substraten mit denen auf (111)-orientierten Siliziumsubstraten verglichen. Die Si(100)-Substrate wurden auf die gleiche Art und Weise wie die Si(111)-Substrate vorbehandelt (siehe Abschnitt 3.2). Wie Abb. 3.30 zeigt, fand nach dem Heizschritt (10 min bei 950 °C) eine Rekonstruktion der Si(100)-Oberfläche statt. Anhand des RHEED-Beugungsbildes (Abb. 3.30a unten) und der zugehörigen LEED-Messung (Abb. 3.30b) wurde ermittelt, dass es sich um eine 2×1-Rekonstruktion der Oberfläche handelt [116, 117]. Mit Hilfe einer AES-Messung (siehe Abb. 3.30c) der rekonstruierten Oberfläche konnte gezeigt werden, dass sich geringe Mengen Stickstoff, Kohlenstoff und Sauerstoff darauf befinden. Offenbar konnte während des Heizschrittes Stickstoff vom Probenhalter desorbieren und mit der Si(100)-Oberfläche reagieren. Kohlenstoff und Sauerstoff

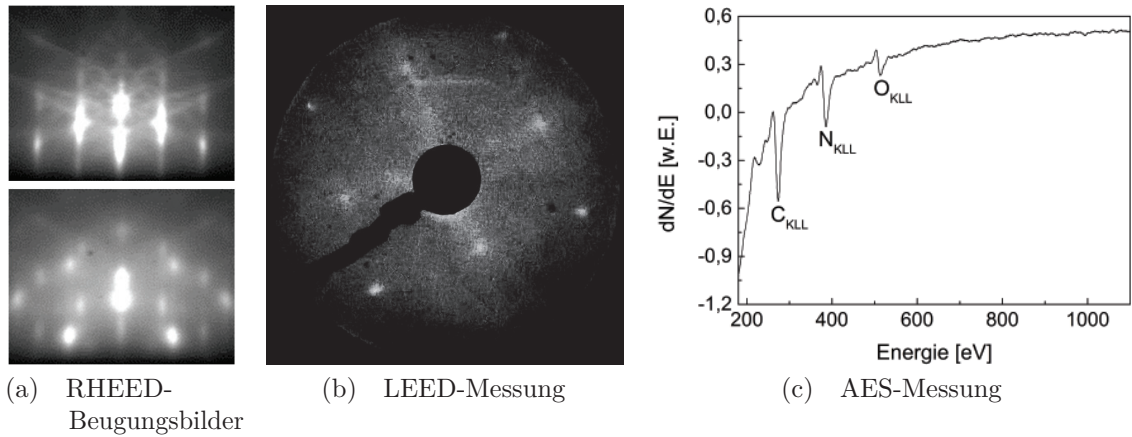


Abb. 3.30: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur Si[110]-Richtung) einer Si(100)-Oberfläche ohne (oben) und mit Rekonstruktion (unten), sowie die zugehörige LEED- (60 eV) und AES-Messung der rekonstruierten Oberfläche. Aufgrund der leichten Stickstoffbelegung der Oberfläche, sind die Reflexe im LEED-Bild trotz Kontrasterhöhung lediglich schwach zu erkennen.

stammen vom Heizelement selbst, da dieses beim Heizprozess Kohlenwasserstoffe freisetzt, welche sich anschließend auf der Siliziumoberfläche anlagern können. Demzufolge kann für die folgenden Bestrahlungs- und Wachstumsexperimente nicht von einer völlig stickstofffreien Oberfläche vor der jeweiligen Behandlung ausgegangen werden. Nach dem Ausheizen wurde die Proben temperatur reduziert und mit der Stickstoffionenbestrahlung bzw. direkt mit dem GaN-Schichtwachstum begonnen. Die Ergebnisse zu den unterschiedlichen Ionenbestrahlungs- und Wachstumsparametern werden in den folgenden Abschnitten diskutiert.

3.5.1 Abhängigkeit von der Stickstoffionenfluenz

Um den Einfluss einer Stickstoffionenbestrahlung der 2×1 -rekonstruierten Si(100)-Oberfläche vor der GaN-Schichtdeposition zu untersuchen, wurden Fluenzen von $0,3 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (Probentyp B), $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (Probentyp C) und $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (Probentyp D) ausgewählt. Zusätzlich wurde eine GaN-Schicht direkt ohne vorangegangene Stickstoffionenbestrahlung abgeschieden (Probentyp A). In Tab. 3.6 sind alle Bestrahlungsparameter der Si(100)-Oberflächen zusammengefasst. Die Substrattemperatur während der Ionenbestrahlung betrug bei allen Probentypen 700°C und der Stickstoffionenfluss lag bei $1,6 \times 10^{14}$ Ionen $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$. Ziel war auch

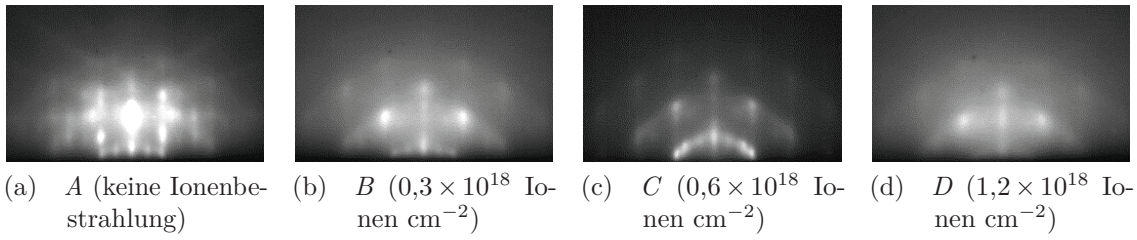


Abb. 3.31: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur Si[110]-Richtung) der mit unterschiedlichen Fluenzen ionenbestrahlten 2×1 -rekonstruierten Si(100)-Oberflächen.

hier, eine dünne SiN_x -Schicht an der Siliziumoberfläche zu bilden, die vor dem Ätzangriff durch Gallium schützt. Die Depositionsparameter für die anschließend deponierten GaN-Schichten waren für alle Probentypen identisch: das I/A-Verhältnis betrug 1,9 (Galliumfluss: $0,84 \times 10^{14}$ Atome $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$), da bei diesem Verhältnis die höchste kristalline Qualität der GaN-Schichten auf den Si(111)-Substraten erhalten wurde, und die Substrattemperatur lag bei 700°C . Für die Dauer der Deposition wurden ca. 120 min gewählt, um eine nominelle Schichtdicke von 140 nm zu erzielen.

Die RHEED-Beugungsbilder der rekonstruierten Si(100)-Oberflächen nach den Stickstoffionenbestrahlungen mit unterschiedlich hohen Fluenzen (Abb. 3.31) zeigen, dass die Siliziumbeugungsreflexe mit zunehmender Bestrahlungsdauer schwächer und diffuser werden. Mit einer länger andauernden Ionenbestrahlung kann demzufolge von einer stärkeren Belegung der Si(100)-Oberfläche mit Stickstoffatomen ausgegangen werden und somit von einer dickeren SiN_x -Schicht. Bei der Si(100)-Oberfläche die mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} mit Stickstoffionen bestrahlt wurde (Probentyp D), sind die Siliziumbeugungsreflexe nur schwach zu erkennen (Abb. 3.31d),

Tab. 3.6: Ionenbestrahlungsparameter der 2×1 -rekonstruierten Si(100)-Oberflächen, wobei die Substrattemperatur für alle Probentypen bei 700°C lag und der Stickstoffionenfluss $1,6 \times 10^{14}$ Ionen $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$ betrug.

| Probentyp | Fluenz [10^{18} Ionen cm^{-2}] | Bestrahlungsdauer [min] |
|-----------|--|----------------------------|
| A | 0 | 0 |
| B | 0,3 | 30 |
| C | 0,6 | 60 |
| D | 1,2 | 120 |

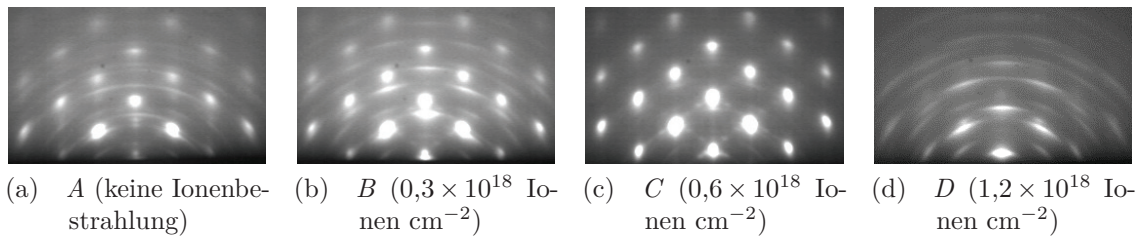


Abb. 3.32: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur z-GaN[110]-Richtung) der GaN-Schichten, die auf mit verschiedenen Fluenzen bestrahlten Si(100)-Substraten deponiert wurden.

sodass bei diesem Probentypen die höchste Belegung der Oberfläche mit Stickstoff und demzufolge die dickste SiN_x-Schicht vorliegt. Bei den Probentypen *A*, *B* und *C* (keine Ionenbestrahlung, Bestrahlung mit Fluenzen von $0,3$ bzw. $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) sind die Beugungsreflexe vom Si(100)-Substrat deutlicher vorhanden, sodass diese drei Probentypen eine geringere Belegung der Si(100)-Oberfläche mit Stickstoffatomen aufweisen und folglich eine dünnere SiN_x-Schicht erzeugt wurde.

Die RHEED-Beugungsbilder der GaN-Schichten, die auf die mit unterschiedlichen Fluenzen bestrahlten Si(100)-Substrate deponierten wurden (Abb. 3.32), unterscheiden sich im Hinblick auf die kristalline Qualität. Die Beugungsbilder der Probentypen *A* und *B* (keine Ionenbestrahlung bzw. Ionenbestrahlung mit einer Fluenz von $0,3 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) zeigen punktförmige Reflexe, welche der kubischen GaN-Phase zuzuordnen sind, und gleichzeitig teilweise durchbrochene Beugungsringe. Offenbar weisen diese beiden GaN-Schichten epitaktische und polykristallintexturierte Bereiche auf. Dahingegen sind im RHEED-Beugungsbild des Probentyps *C* (Fluenz: $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) keine Ansätze von Beugungsringen erkennbar, sondern ausschließlich punktförmige Reflexe der kubischen GaN-Phase, die durch schwächere punktförmige Reflexe diagonal miteinander verbunden sind. Diese schwächeren diagonal angeordneten Reflexe repräsentieren die Facettierung der kubischen GaN-Kristallite. Die GaN-Schicht, welche auf das mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} ionenbestrahlte Si(100)-Substrat deponiert wurde (Probentyp *D*), zeigt im Vergleich zu den anderen Probentypen die niedrigste kristalline Qualität. Das RHEED-Beugungsbild dieses Probentyps weist im Wesentlichen

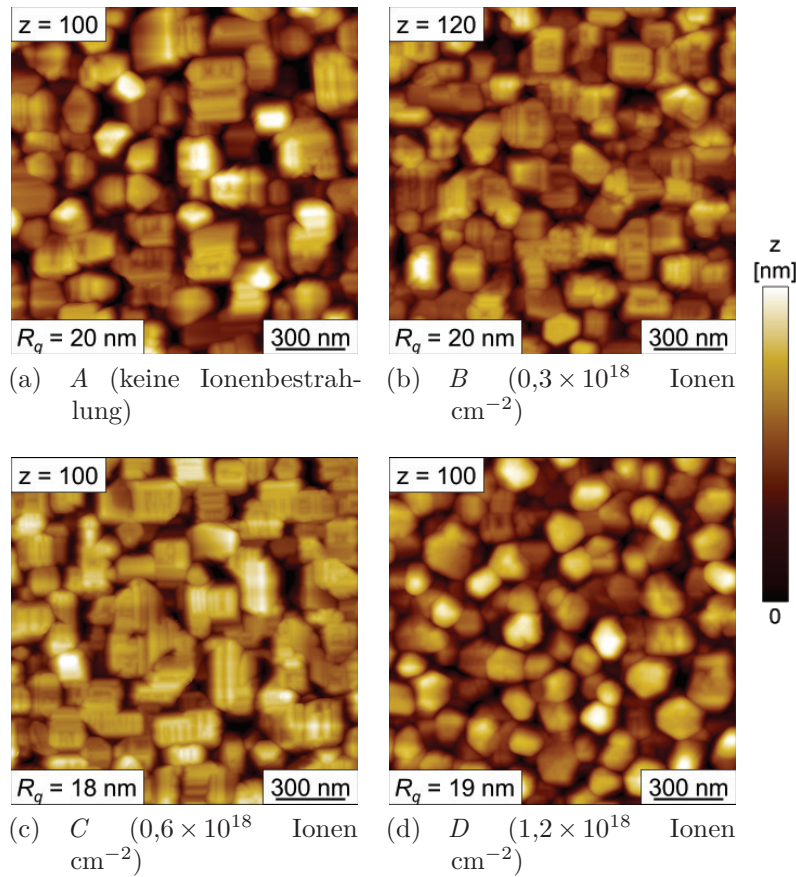


Abb. 3.33: Topografieaufnahmen ($1,5 \times 1,5 \mu\text{m}^2$), gemessen mit AFM, für die GaN-Schichten, die auf mit verschiedenen Fluenzen ionenbestrahlten Si(100)-Substraten deponiert wurden.

durchbrochene Ringe auf, sodass von einer polykristallin-texturierten GaN-Schicht ausgegangen werden kann. Trotz dieser Unterschiede in der kristallinen Qualität, sind den RHEED-Untersuchungen zufolge, alle vier GaN-Schichten dreidimensional gewachsen. Offenbar ist die Benetzbarkeit der Si(100)-Oberflächen bezüglich Gallium gering, sodass die Schichten von Beginn an im dreidimensionalen Wachstumsmodus wuchsen. Zudem zeigten alle GaN-Schichten zum Wachstumsbeginn durchbrochene Beugungsringe in den RHEED-Bildern, welche nach etwa 10 min im Fall von Proben-typ *C* verschwanden und bei den anderen Proben-typen bis zum Ende des Wachstums erhalten blieben.

Bei der Betrachtung der Topografie der GaN-Schichten, gemessen mit AFM, (siehe Abb. 3.33) wird ersichtlich, dass die GaN-Schichten in separierten Kristalliten gewachsen sind. Bei der GaN-Schicht des Proben-typs *D* (Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) sind

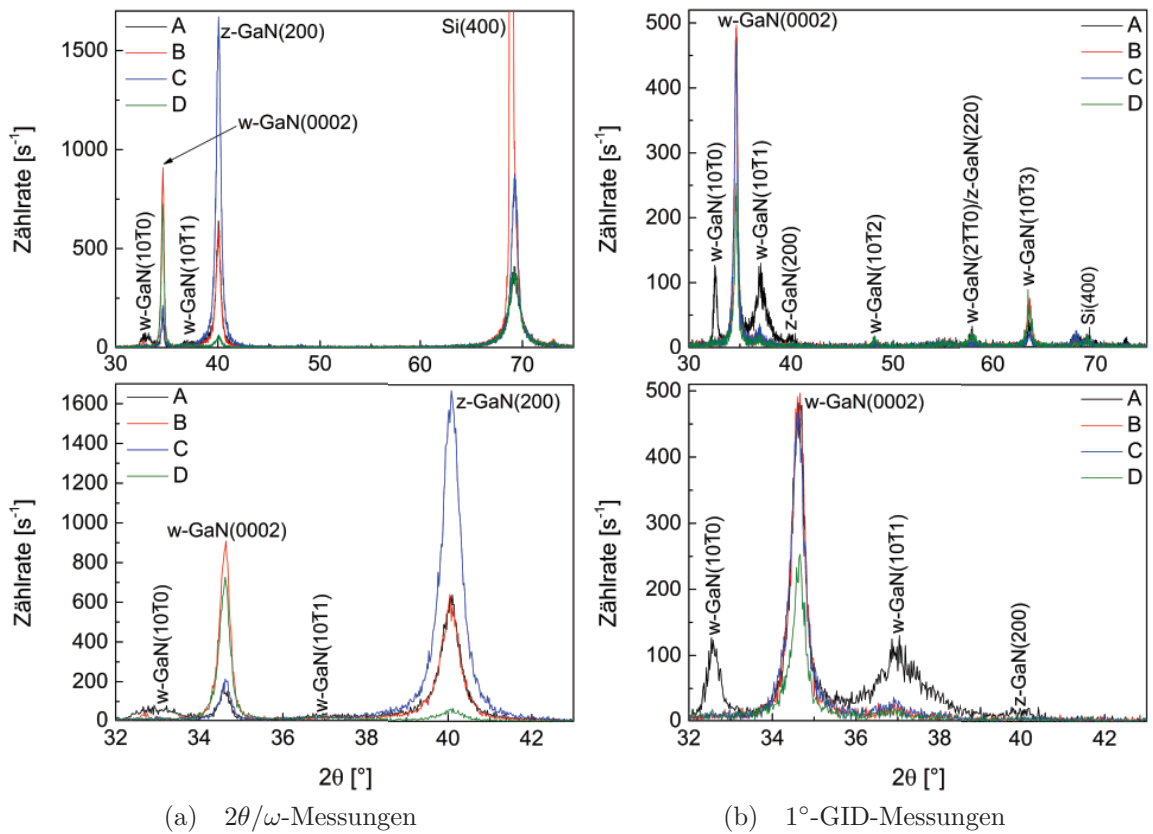


Abb. 3.34: XRD $2\theta/\omega$ - und 1° -GID-Messungen (Übersichtsmessung oben, ausgewählter Bereich unten) der GaN-Schichten, welche auf mit verschiedenen Fluenzen ionenbestrahlten Si(100)-Substraten deponiert wurden. Probenotyp A erfuhr keine Ionenbestrahlung, Probenotyp B wurde mit einer Fluenz von $0,3 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , Probenotyp C mit $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} und Probenotyp D mit $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bestrahlt.

bedingt durch das polykristallin-texturierte Wachstum die Kristallite stark gegeneinander verdreht und verkippt. Anhand der Gestalt der Kristallite kann lokal sogar die Präsenz von hexagonalem GaN mit c-Achsen-Orientierung vermutet werden. Im Gegensatz dazu sind bei den Probenotypen A, B und C (keine Ionenbestrahlung bzw. Ionenbestrahlung mit Fluenzen von $0,3$ und $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) wenige hexagonale Kristallite zu finden, wobei Probenotyp C die geringste Anzahl hexagonaler Kristallite aufweist. Die GaN-Schichten bestehen bei diesen drei Probenotypen vielmehr aus voneinander separierten quaderförmigen Kristalliten, deren Seitenflächen rechtwinklig zueinander angeordnet sind. Zudem weisen diese quaderförmigen Kristallite kleine Stufen an den Oberflächen auf. Bei diesen quaderförmigen GaN-Kristalliten handelt es sich den RHEED-Beugungsbildern zufolge um kubisches GaN.

Wie bereits aus den RHEED- und AFM-Messungen gefolgert, liegt laut $2\theta/\omega$ -

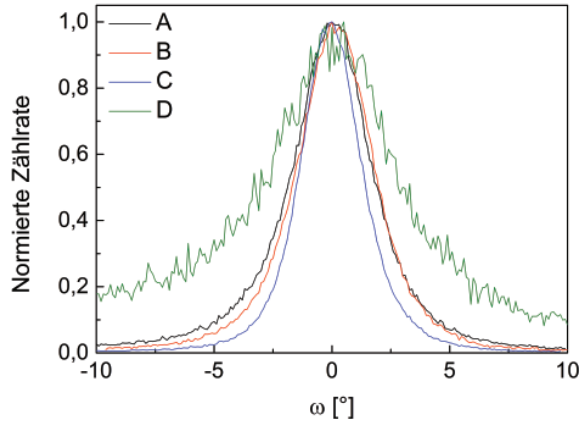


Abb. 3.35: Normierte z-GaN(200)-Rockingkurven der GaN-Schichten, welche auf Si(100)-Substrate, die mit verschiedenen Fluenzen (keine Bestrahlung (Probentyp A), $0,3 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (Probentyp B), $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (Probentyp C), $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (Probentyp D)) bestrahlt wurden, deponiert wurden.

und 1° -GID-Messungen (Abb. 3.34) überwiegend kubisches GaN mit einer (200)-Orientierung vor. In den Messungen waren hauptsächlich (200)-orientiertes z-GaN und (0002)-orientiertes w-GaN zu finden. In den 1° -GID-Messungen (Abb. 3.34b) sind neben diesen beiden Reflexe weitere, intensitätsschwächere Reflexe vom hexagonalen und kubischen GaN vorhanden. Die Intensitätsverhältnisse von z-GaN(200) zu w-GaN(0002) schwanken zwischen den einzelnen Probentypen im Bereich von 0,1 bis 7,8 stark (siehe Tab. 3.7). Dabei weist die GaN-Schicht, welche auf das mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} ionenbestrahlte Si(100)-Substrat deponiert wurde (Probentyp D), den geringsten z-GaN(200)-Anteil auf. Zudem sind bei diesem Probentypen die wenigen kubischen Kristallite aufgrund der breiten z-GaN(200)-Rockingkurve (Abb. 3.35, $6,0^\circ$ Halbwertsbreite) stark gegenüber der Wachstumsrichtung verkippt und verdreht. Dahingegen besitzt die GaN-Schicht des Probentyps C (Fluenz: $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) den höchsten z-GaN(200)-Anteil und die schmalste z-GaN(200)-Rockingkurve mit $2,8^\circ$ Halbwertsbreite. Der z-GaN(200)-Anteil der beiden anderen Probentypen A und B (keine Ionenbestrahlung bzw. Bestrahlung mit einer Fluenz von $0,3 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) beträgt 3,5 bzw. 0,7 und die z-GaN(200)-Rockingkurvenhalbwertsbreite $3,7^\circ$ bzw. $3,6^\circ$. Zu bemerken ist, dass die GaN-Schicht, die direkt auf das Si(100)-Substrat, ohne SiN_x -Zwischenschicht, abgeschieden wurde, einen hohen z-GaN(200)-Anteil (Verhältnis z-GaN(200) zu w-GaN(0002): 3,5) besitzt

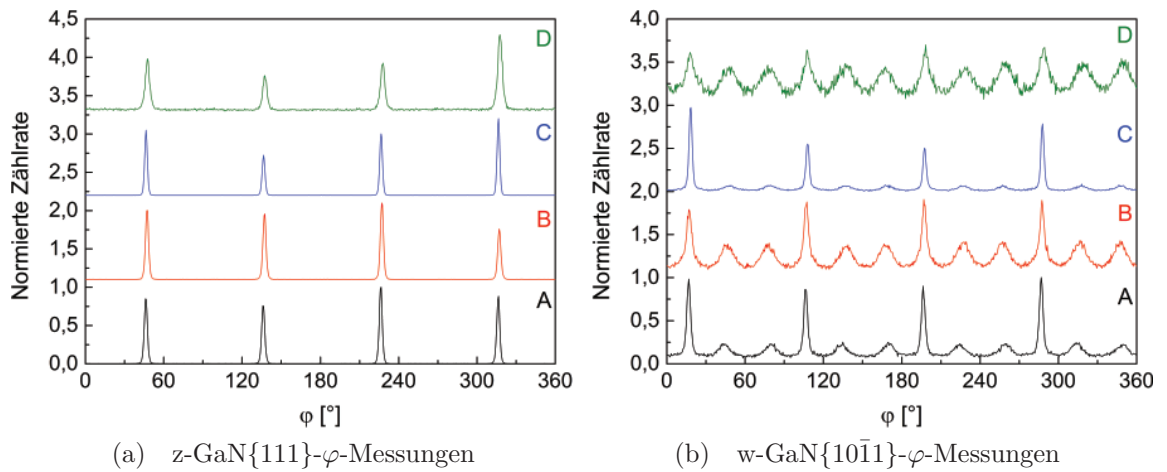


Abb. 3.36: z-GaN{111}- und w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}- φ -Messungen der GaN-Schichten, die auf mit verschiedenen Fluenzen bestrahlten Si(100)-Oberflächen deponiert wurden (Probentyp A: keine Bestrahlung, Probentyp B: $0,3 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , Probentyp C: $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , Probentyp D: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}).

und sich deren kristalline Qualität kaum von Probentyp B unterscheidet.

Die φ -Messungen der verschiedenen Probentypen sind in Abb. 3.36 normiert und gegeneinander verschoben dargestellt. Die φ -Messungen des z-GaN(111)-Reflexes zeigen bei allen Probentypen vier intensive Peaks, aufgrund der vierzähligen Symmetrie des (111)-orientierten kubischen GaNs. Für den w-GaN(10 $\bar{1}$ 1)-Reflex sind in den φ -Messungen zusätzlich zu den vier intensiven Peaks paarweise dazwischenliegende schwächere Peaks zu erkennen. Dass bei der φ -Messung des w-GaN(10 $\bar{1}$ 1)-Reflexes für ein c-Achsen-orientiertes w-GaN nur vier Peaks bzw. acht dazwischenliegende Peaks auftreten ist ungewöhnlich, da eigentlich sechs Peaks zu erwarten wären. Aus diesem

Tab. 3.7: Intensitätsverhältnisse des z-GaN(200)-Reflexes zum w-GaN(0002)-Reflex, sowie die zugehörigen Halbwertsbreiten der z-GaN(200)-Rockingkurven und Halbwertsbreiten der Peaks in den φ -Messungen. Dabei wurde das Si(100)-Substrat bei Probentyp A nicht mit Stickstoffionen bestrahlt, bei Probentyp B, C und D wurde es mit einer Fluenz von 0,3, 0,6 bzw. $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} vor der Deposition bestrahlt.

| Proben- typ | z-GaN(200)/ w-GaN(0002) | FWHM | | FWHM φ -Messungen | |
|----------------|----------------------------|------|------------|---------------------------|------------|
| | | RC | z-GaN(200) | w-GaN{10 $\bar{1}$ 1} | z-GaN{111} |
| A | 3,5 | | 3,7° | 3,1° | 2,3° |
| B | 0,7 | | 3,6° | 4,8° | 2,3° |
| C | 7,8 | | 2,8° | 2,5° | 2,0° |
| D | 0,1 | | 6,0° | 6,8° | 3,6° |

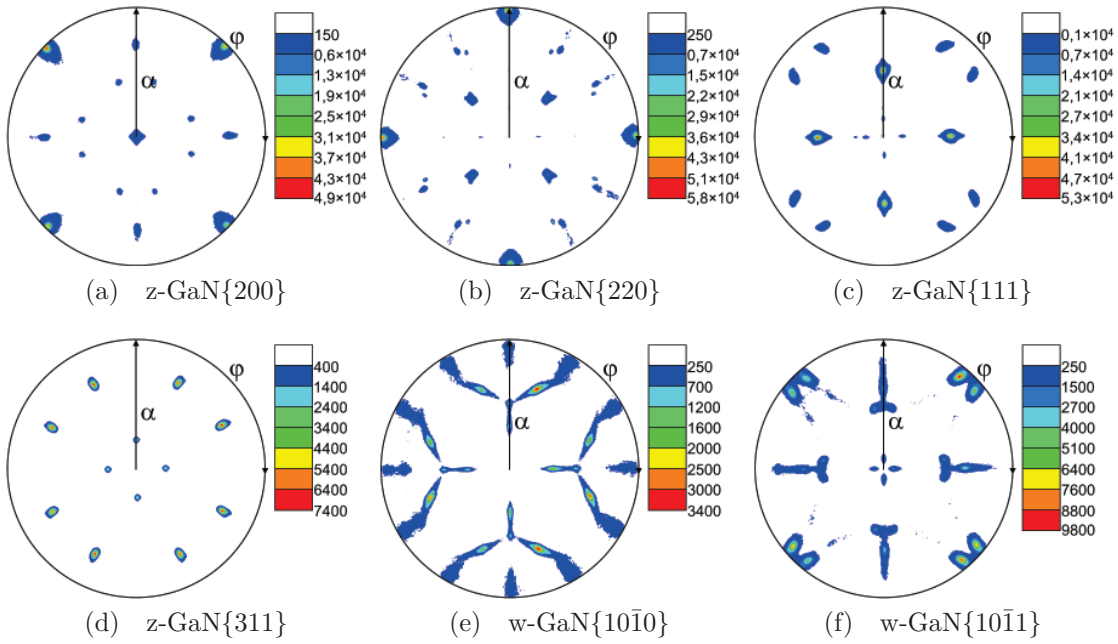


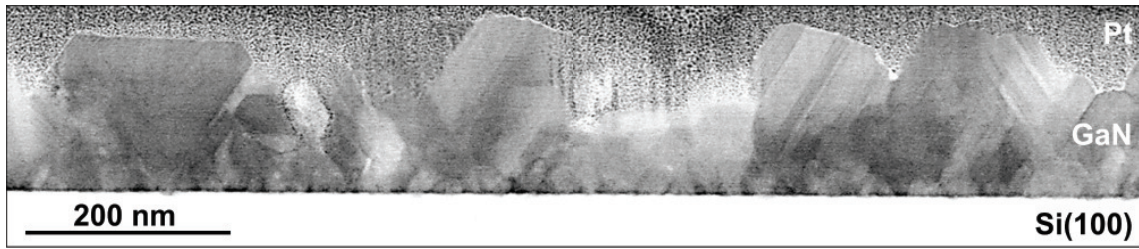
Abb. 3.37: *In plane* Polfigurmessungen (lineare Darstellung) der auf das mit einer Fluenz von $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} mit Stickstoffionen bestrahlte Si(100)-Substrat deponierten GaN-Schicht (Probentyp C).

Grund liegt es nahe, dass die w-GaN-Kristallite stark gegenüber dieser üblichen Orientierung verkippt sind und lediglich vier der sonst sechs auftretenden Peaks detektiert werden können. Nähere Auskunft zu dieser Fehlorientierung lieferten die zugehörigen vollständigen *in plane* Polfigurmessungen (siehe auch Abschnitt 3.5.5).

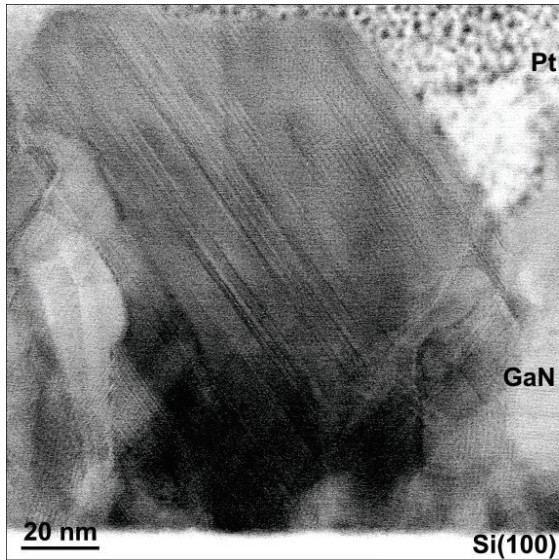
In Abb. 3.37 sind verschiedene *in plane* Polfigurmessungen der GaN-Schicht des Probentyps C (Fluenz: $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) dargestellt. Die Polfigurmessungen der z-GaN-Reflexe sind, wie zuvor die φ -Messungen, von der vierzähligen Symmetrie geprägt. Bei der z-GaN{220}-Polfigur treten zusätzlich zu den Poldichtemaxima des GaNs auch Poldichtemaxima des Si(100)-Substrates auf, die zur Ermittlung der epitaktischen Beziehung zwischen GaN-Schicht und Si(100)-Substrat herangezogen wurden, welche wie folgt lautet: z-GaN(100)||Si(100) und z-GaN[010]||Si[010]. Eine detaillierte Zuordnung der Poldichtemaxima erfolgt aus Gründen der Übersichtlichkeit separat in Abschnitt 3.5.5. Dabei stellte sich beim kubischen Polytypen heraus, dass es eine 180° -Rotationsverzwillingung 1. Ordnung (Verzwillingung bezüglich des Grundkristallits) mit den [111]-Richtungen als Rotationsachsen gibt, welche die zusätzlichen Maxima in den z-GaN-Polfiguren erzeugt. Beim hexagonalen GaN gab

es eine Übereinstimmung der Poldichtemaxima in den gemessenen Polfiguren mit den modellierten Polfiguren, wenn die c-Achse um 55° und 18° gekippt wurde, wobei beide Kippwinkel gleichzeitig und vierfach auftraten und darauf hindeuten, dass das hexagonale GaN direkt auf den kubischen $\{111\}$ -Ebenen mit c-Achsen-Orientierung weitergewachsen ist.

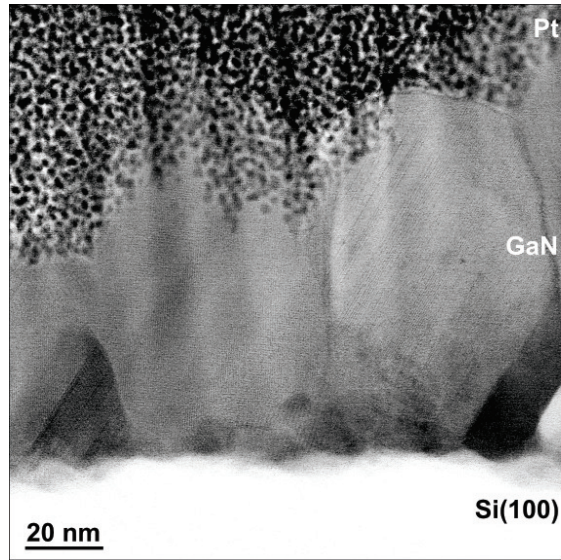
Zur Klärung, warum derartige Unterschiede in der kristallinen Qualität zwischen den einzelnen Probentypen existieren, wurden STEM-Messungen durchgeführt. Diese sollen insbesondere Aufschluss darüber geben, in wie weit die SiN_x -Zwischenschicht für die starken Abweichungen verantwortlich ist. Die STEM-Übersichtsaufnahmen (siehe Abb. 3.38) zeigen, dass die Grenzfläche zwischen Si(100)-Substrat und GaN-Schicht bei Probentyp *D* (Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) rauer und welliger ist als bei Probentyp *C* (Fluenz: $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}). Bei Probentyp *C* ist diese Grenzfläche glatter und es besteht eine deutlichere Abgrenzung zwischen Substrat und Schicht. Bei näherer Betrachtung dieses Grenzbereichs mit hoher Vergrößerung (Abb. 3.38d und 3.38e) ist erkennbar, dass der diffuse hellere Bereich bei Probentyp *D* dicker ist, als bei Probentyp *C*. Eine EDX-Analyse dieser helleren Bereiche (hier nicht gezeigt) ergab, dass sich darin signifikante Mengen Gallium und Stickstoff befinden. Da die SiN_x -Zwischenschicht über diesem helleren Bereich liegt, wurden Gallium und Stickstoff während des Heizprozesses vom Probenhalter freigesetzt und konnten mit der Si(100)-Oberfläche reagieren. Aus diesem Grund kann bei einer längeren Stickstoffionenbestrahlung des Si(100)-Substrates davon ausgegangen werden, dass zum einen eine höhere Galliumkontamination der Si(100)-Oberfläche vorherrscht und zum anderen mehr Stickstoffionen auf die Oberfläche auftreffen, welche eine dickere amorphe SiN_x -Zwischenschicht generieren. Dies führt dazu, dass keine Epitaxieinformation über diese amorphe Zwischenschicht an das darauf wachsende GaN weitergegeben werden kann und demzufolge ein polykristallin-texturiertes w-GaN-Wachstum vorherrscht. Dagegen wurden bei dem Probentypen *C* kristalline Teilbereiche in der SiN_x -Schicht gefunden, sodass geschlussfolgert werden kann, dass es sich um eine teilweise amorphe Zwischenschicht handelt. Diese teilweise kristallinen Bereiche sind



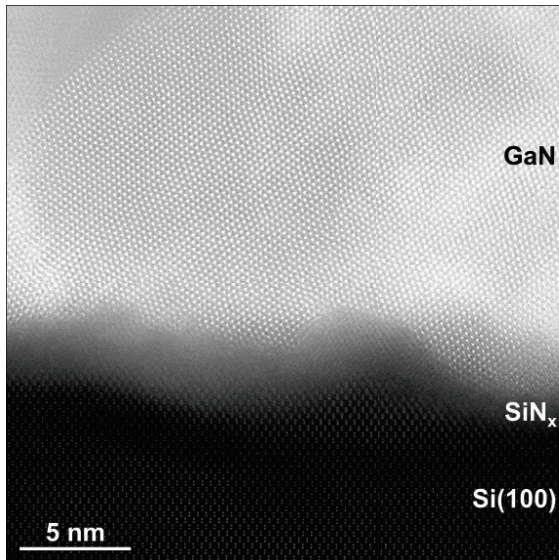
(a) Übersichtsaufnahme von Proben *C* (Fluenz: $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2})



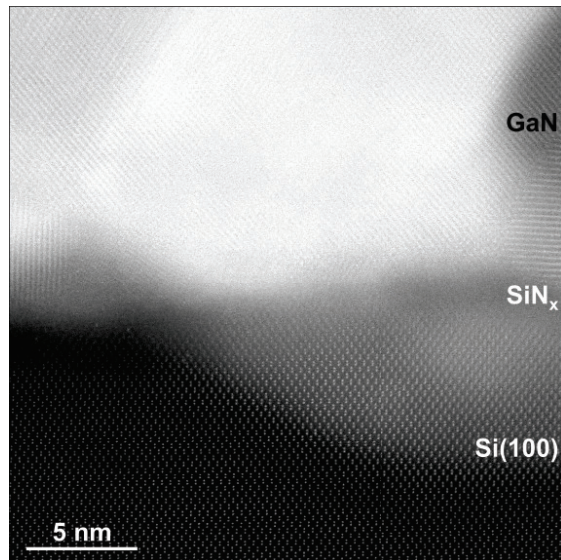
(b) *C* (Fluenz: $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2})



(c) *D* (Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2})



(d) *C* (Fluenz: $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2})



(e) *D* (Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2})

Abb. 3.38: STEM-Messungen von den GaN-Schichten, die auf mit verschiedenen Fluenzen bestrahlten Si(100)-Substraten deponiert wurden.

in diesem Fall offenbar ausreichend, um eine epitaktische Information an das darauf wachsende GaN zu transportieren. Abgesehen von den Korngrenzen und fehlorien-

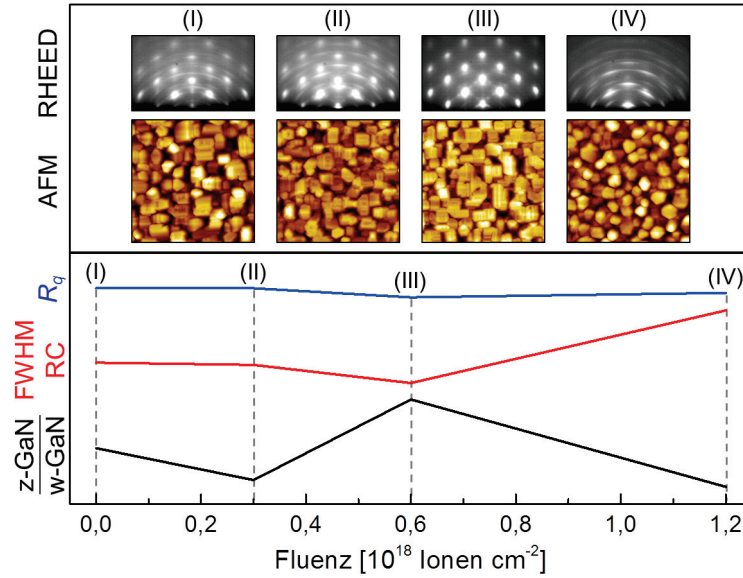


Abb. 3.39: Abhängigkeit des z-GaN(200)/w-GaN(0002)-Verhältnisses und der Halbwertsbreite der z-GaN(200)-Rockingkurven (RC), sowie der RMS-Rauheit ermittelt durch AFM, der Topografie und der kristallinen Oberflächenstruktur der auf Si(100) deponierten GaN-Schichten von der Fluenz der Ionenbestrahlung.

tierten Kristalliten, ist die Defektstruktur der GaN-Schichten im Wesentlichen von diagonal verlaufenden Stapelfehlern dominiert, welche die Ursache für die Stufen auf den quaderförmigen Kristalliten in den AFM-Messungen (Abb. 3.33) sind. Diese Stapelfehler sind ein Ergebnis der Kompensation der hohen Gitterfehlانpassung zwischen GaN-Schicht und Siliziumsubstrat (-17%).

Zusammenfassung: Es konnte gezeigt werden, dass eine der GaN-Deposition vorangehende hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung des Si(100)-Substrats vorteilhaft für das GaN-Schichtwachstum ist, jedoch nicht zwingend notwendig, da auch ohne SiN_x -Zwischenschicht eine vergleichbare kristalline Qualität erzielt werden konnte (siehe Abb. 3.39). Eine Stickstoffionenbestrahlung mit einer Fluenz von $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} resultierte in einer GaN-Schicht mit den besten Schichteigenschaften. Bei einer Ionenbestrahlung mit höherer Fluenz bildete sich eine letztendlich zu dicke SiN_x -Zwischenschicht aus, die ein epitaktisches Wachstum der GaN-Schicht nicht mehr zuließ.

3.5.2 Einfluss der Substrattemperatur

In diesem Abschnitt wird der Einfluss der Substrattemperatur während des Depositionsprozesses auf das GaN-Schichtwachstum untersucht. Dabei wurden die GaN-Schichten direkt, ohne vorangegangene Stickstoffionenbestrahlung und daraus resultierender SiN_x-Zwischenschicht, auf das Si(100)-Substrat deponiert. Hierfür wurden Substrattemperaturen von 650 °C (Probentyp *E*), 700 °C (Probentyp *F*) und 750 °C (Probentyp *G*) ausgewählt (siehe Tab. 3.8). Die letzte ausgewählte Temperatur liegt oberhalb der Zersetzungstemperatur von GaN, sodass ein signifikanter Stickstoffverlust bei der wachsenden GaN-Schicht zu erwarten ist [19, 20]. Der Galliumfluss während der Deposition betrug $0,84 \times 10^{14}$ Atome cm⁻² s⁻¹ (I/A-Verhältnis: 1,9) und die Dauer der Deposition lag zwischen 90 min und 150 min.

Die RHEED-Beugungsbilder der GaN-Schichten, die bei unterschiedlichen Substrattemperaturen auf Si(100)-Substrate ohne vorangegangene Ionenbestrahlung deponiert wurden sind in Abb. 3.40 dargestellt. Die kristalline Qualität dieser GaN-Schichten ist der RHEED-Analyse zufolge sehr unterschiedlich. Für den Probentypen *E* (650 °C Substrattemperatur) sind punktförmige Reflexe der kubischen GaN-Phase erkennbar, welche durch schwächere, diagonal angeordnete Reflexe miteinander verbunden sind, die eine Facettierung der Kristallite repräsentieren. Das RHEED-Bild des Probentyps *F* (700 °C Substrattemperatur) entspricht einerseits dem des Probentypen *E* jedoch mit schwächeren Reflexen. Es sind außerdem durchbrochene Beugungsringe vorhanden, die auf die Anwesenheit von polykristallin-texturiertem GaN verweisen. Bei einer Substrattemperatur von 750 °C (Probentyp *G*) zeigt das RHEED-Beugungsbild

Tab. 3.8: Substrattemperaturen für die verschiedenen GaN-Schichten die direkt auf Si(100)-Substrate deponiert wurden. Das I/A-Verhältnis betrug bei allen Probentypen 1,9.

| Probentyp | Substrattemperatur [°C] |
|-----------|----------------------------|
| <i>E</i> | 650 |
| <i>F</i> | 700 |
| <i>G</i> | 750 |

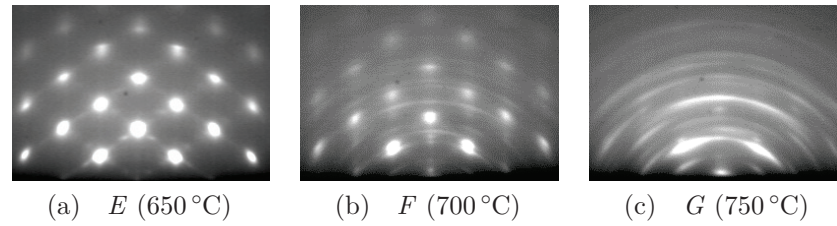


Abb. 3.40: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur z-GaN[110]-Richtung) der bei unterschiedlichen Substrattemperaturen auf Si(100)-Substraten deponierten GaN-Schichten.

teilweise durchbrochene Ringe auf, sodass bei diesem Probenotypen ein vorwiegend polykristallin-texturiertes Wachstum stattfand. Demzufolge wirkt sich eine Substrattemperatur von mehr als 700 °C nachteilig auf das Wachstum aus, da thermische Zersetzungseffekte dominieren.

Bei der Betrachtung der Topografie der GaN-Schichten, gemessen mit AFM (Abb. 3.41), sind bei den Probenotypen *E* und *F* (650 °C bzw. 700 °C Substrattemperatur) viele quaderförmige Kristallite mit Stufen an den Oberflächen und einige Kristallite mit hexagonaler Form zu erkennen. Dabei sind die quaderförmigen Kristallite bei einer Substrattemperatur von 650 °C kleiner (Durchmesser: 100 - 150 nm) als bei 700 °C (Durchmesser: 200 - 220 nm). Wie bereits in den RHEED-Messungen erkennbar, zeigen die Kristallite bei einer Substrattemperatur von 750 °C (Probenotyp *G*) ein polykristallin-texturiertes Wachstum, verdeutlicht durch eine starke Verdrehung und Verkipfung der Kristallite gegeneinander. Zusätzlich weisen die Kristallite eine hohe

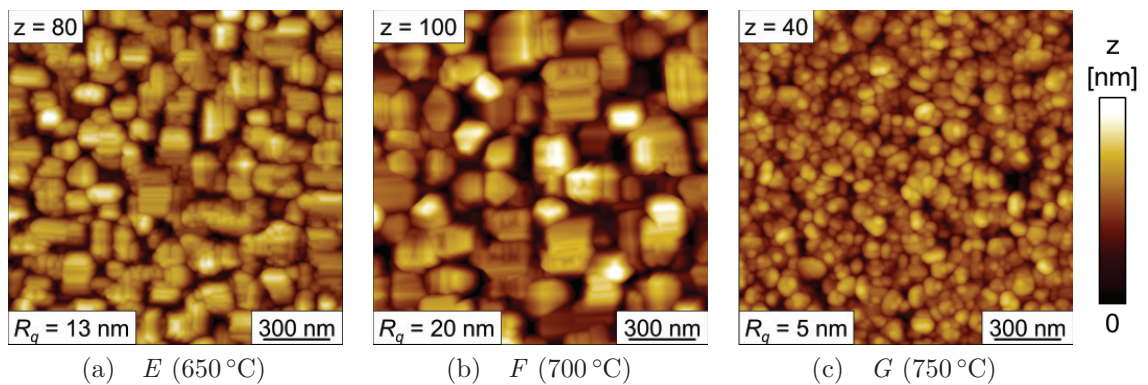


Abb. 3.41: Topografieaufnahmen ($1,5 \times 1,5 \mu\text{m}^2$) gemessen mit AFM für die GaN-Schichten, die bei unterschiedlichen Substrattemperaturen deponiert wurden.

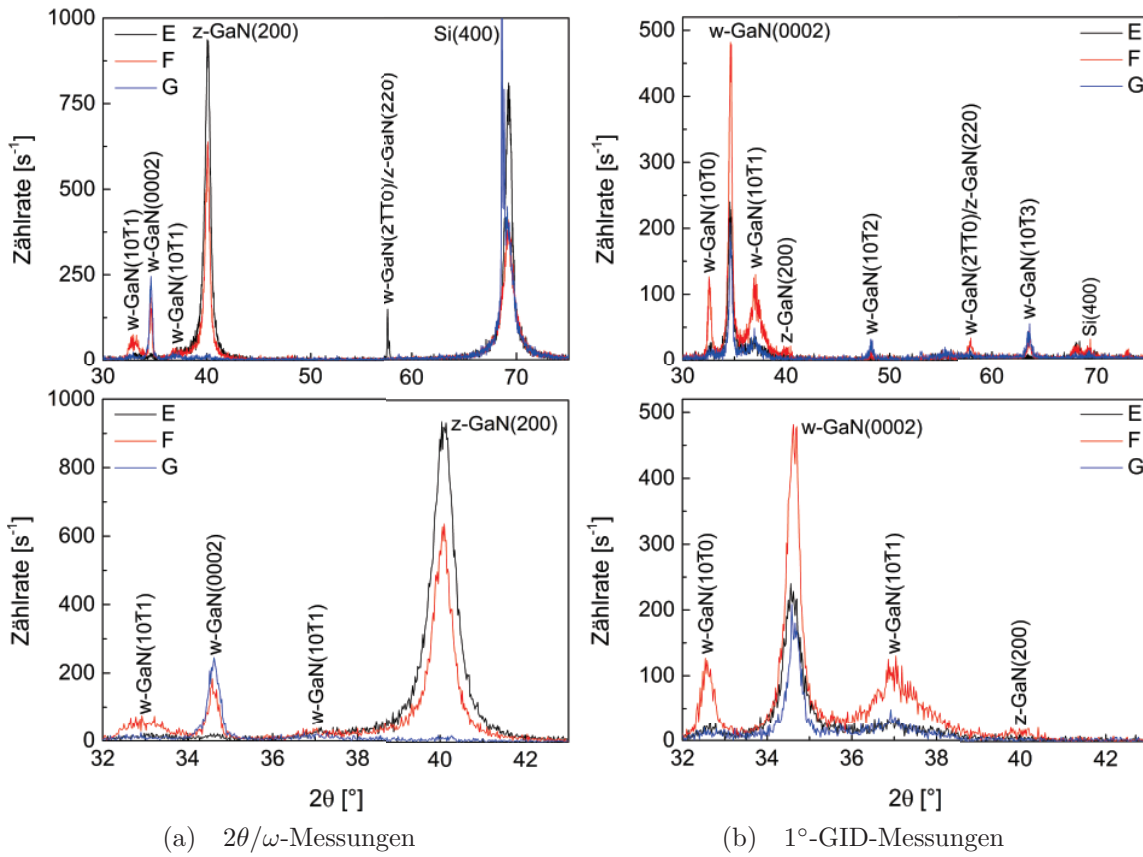


Abb. 3.42: XRD $2\theta/\omega$ - und 1° -GID-Messungen der GaN-Schichten, welche bei unterschiedlichen Substrattemperaturen auf Si(100)-Substraten deponiert wurden. Dabei wurde Proben-typ *E* bei einer Substrattemperatur von 650°C , Proben-typ *F* bei 700°C und Proben-typ *G* bei 750°C hergestellt.

Dichte und feinkörnige Struktur auf. Die Größe der polykristallinen Körner ist mit $30\text{--}70\text{ nm}$ wesentlich geringer als bei den Proben-typen *E* und *F*.

Die $2\theta/\omega$ - und 1° -GID-Messungen (Abb. 3.42) ergaben, dass es sich bei den Proben-typen *E* und *F* um (200)-orientiertes kubisches GaN handelt, wohingegen die polykristallin-texturierte GaN-Schicht (Proben-typ *G*) vorzugsweise hexagonal (c -Achsen-orientiert) gewachsen ist. In den GID-Messungen (Abb. 3.42b) sind noch weitere Orientierungen der kubischen und hexagonalen GaN-Phasen zu erkennen, wobei Proben-typ *F* (700°C) die höchsten Intensitäten aufweist. Die Intensitätsverhältnisse zwischen kubischem und hexagonalem GaN (siehe Tab. 3.9) verdeutlichen, dass Proben-typ *E* das höchste z-GaN(200)/w-GaN(0002)-Verhältnis mit 47 besitzt. Gleichzeitig ist bei diesem Proben-typen die kleinste Halbwertsbreite der zugehörigen gemessenen z-GaN(200)-Rockingkurve (Abb. 3.43) mit $3,1^\circ$ zu finden. Proben-typ *F*

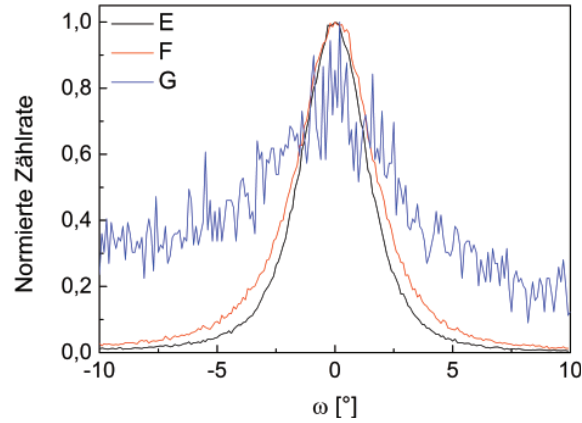


Abb. 3.43: z-GaN(200)-Rockingkurven von den GaN-Schichten, welche auf Si(100)-Substrate bei unterschiedlichen Substrattemperaturen (650 °C (Probentyp *E*), 700 °C (Probentyp *F*) und 750 °C (Probentyp *G*)) deponiert wurden.

hingegen zeigt ein sehr geringes Verhältnis zwischen kubischem und hexagonalem GaN ($< 0,1$) und eine größere Rockingkurvenhalbwertsbreite ($7,2^\circ$), sodass von einer niedrigeren kristallinen Qualität ausgegangen werden muss. Demzufolge ist eine Substrattemperatur unterhalb von 700 °C vorteilhaft für das Wachstum kubischer GaN-Schichten, da eine höhere kristalline Qualität der Schichten erzielt wird.

In den φ -Messungen des (111)-Reflexes der kubischen GaN-Phase (Abb. 3.44) sind vier intensive Peaks zu erkennen, bedingt durch die vorhandene vierzählige Symmetrie. Bei den φ -Messungen des w-GaN($10\bar{1}1$)-Reflexes sind ebenfalls vier intensivere Peaks vorhanden, jedoch mit dazwischen liegenden, paarweise angeordneten schwächeren Peaks, die bei den verschiedenen Probentypen unterschiedlich intensiv ausgeprägt sind. Bei Probentyp *E* (650 °C Substrattemperatur) treten diese Zwischenpeaks kaum aus dem Untergrundniveau hervor, wogegen bei Probentyp *G* (750 °C Substrattemperatur) die Zwischenpeaks fast so intensiv wie die vier schärferen Peaks sind. Eine Verkipfung

Tab. 3.9: Intensitätsverhältnisse des z-GaN(200)-Reflexes zum w-GaN(0002)-Reflex, sowie die zugehörigen Halbwertsbreiten der gemessenen z-GaN(200)-Rockingkurven und der Peaks in den φ -Messungen.

| Proben- typ | z-GaN(200)/ w-GaN(0002) | FWHM RC z-GaN(200) | FWHM φ -Messungen w-GaN $\{10\bar{1}1\}$ | z-GaN $\{111\}$ |
|----------------|----------------------------|-----------------------|---|-----------------|
| <i>E</i> | 47 | $3,1^\circ$ | $2,5^\circ$ | $2,0^\circ$ |
| <i>F</i> | 3,5 | $3,7^\circ$ | $3,1^\circ$ | $2,3^\circ$ |
| <i>G</i> | $<0,1$ | $7,2^\circ$ | $3,9^\circ$ | $2,8^\circ$ |

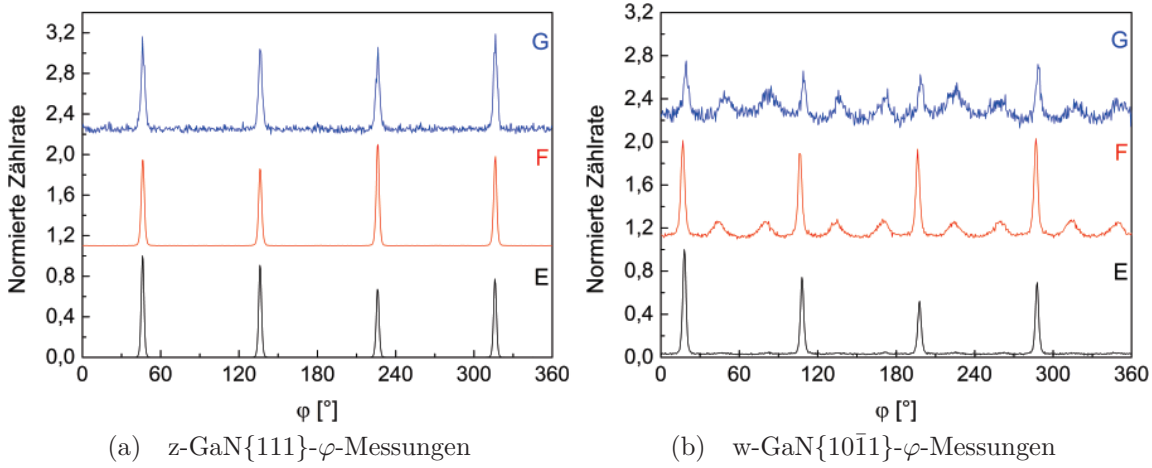


Abb. 3.44: z-GaN{111}- und w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}- ϕ -Messungen der bei unterschiedlichen Substrattemperaturen auf Si(100) deponierten GaN-Schichten. Die Messungen sind normiert und übereinander dargestellt, wobei die Substrattemperatur bei Probenotyp *E* 650 °C, bei Probenotyp *F* 700 °C und bei Probenotyp *G* 750 °C betrug.

der hexagonalen Kristallite liegt nahe, wobei die vollständigen Polfigurmessungen genauere Aussagen dazu liefern.

Abbildung 3.45 zeigt die *in plane* Polfigurmessungen der z-GaN(200)-, (220)-, (111)- und (311)-Reflexe sowie der w-GaN(10 $\bar{1}$ 0)- und (10 $\bar{1}$ 1)-Reflexe für den Probenotypen *E* (650 °C Substrattemperatur). Die vierzählige Symmetrie des (200)-orientierten kubi-

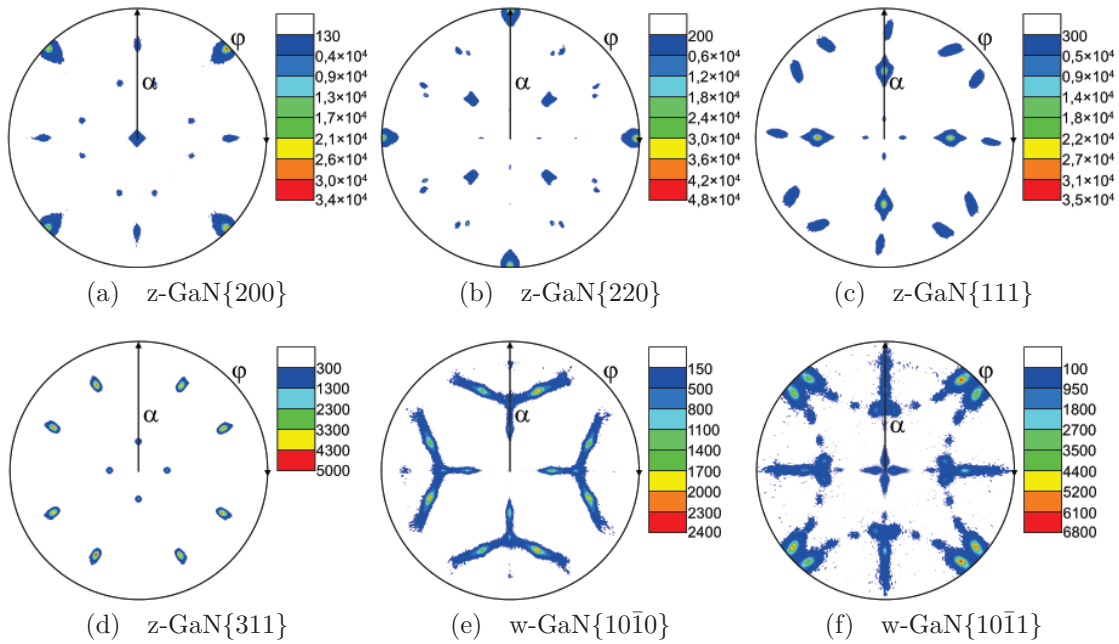
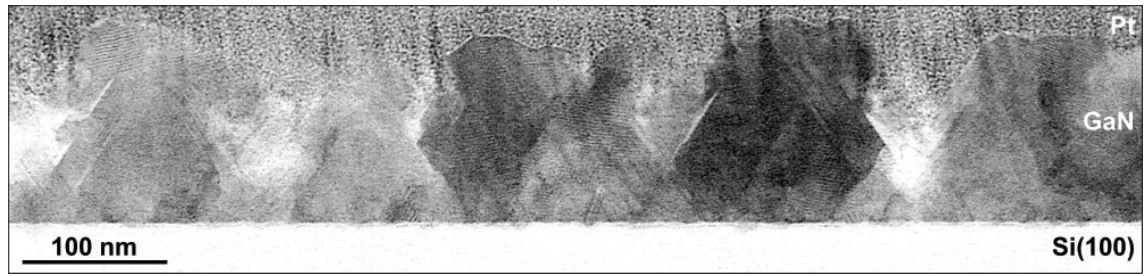
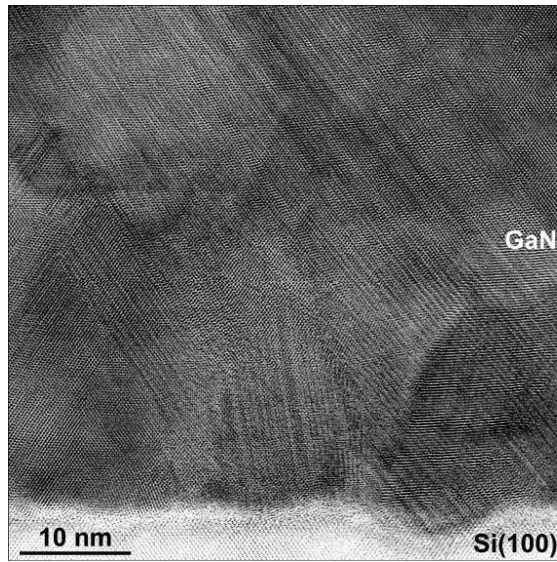


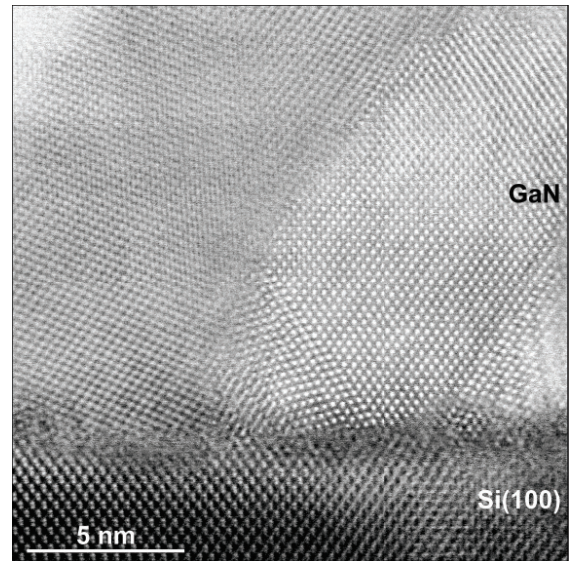
Abb. 3.45: *In plane* Polfigurmessungen (lineare Darstellung) der bei 650 °C Substrattemperatur auf Si(100) deponierten GaN-Schicht (Probenotyp *E*).



(a) Übersichtsaufnahme



(b) Hochaufgelöste Aufnahme



(c) Hochaufgelöste Aufnahme

Abb. 3.46: STEM-Aufnahmen (Übersichtsaufnahme und hochaufgelöste Aufnahmen des Grenzflächenbereichs) der GaN-Schicht, die bei einer Substrattemperatur von 650 °C auf ein Si(100)-Substrat deponiert wurde (Probentyp E).

schen GaNs ist erkennbar, wobei eine 180°-Rotationsverzwillingung 1. Ordnung mit den [111]-Richtungen als Rotationsachsen auftritt und Ursache für die zusätzlichen Poldichtemaxima in den Messungen ist. Auch bei den Polfiguren der beiden w-GaN-Reflexe treten die zwei Verkippskomponenten (55° und 18°) des c-Achsen-orientierten w-GaN auf (siehe auch Abschnitt 3.5.5). Anhand der z-GaN{220}-Polfigur, welche neben den Poldichtemaxima des GaNs auch Poldichtemaxima des Si(100)-Substrates zeigt, konnte eine epitaktische Beziehung zwischen GaN-Schicht und Substrat ermittelt werden: z-GaN(100)||Si(100) und z-GaN[010]||Si[010].

Die STEM-Messungen der GaN-Schichten (Abb. 3.46) zeigen, dass trotz der fehlenden Stickstoffionenbestrahlung vor der Deposition, eine sehr dünne (ca. 1 nm Dicke) amorphe Zwischenschicht zwischen Si(100)-Substrat und GaN-Schicht vorhanden ist.

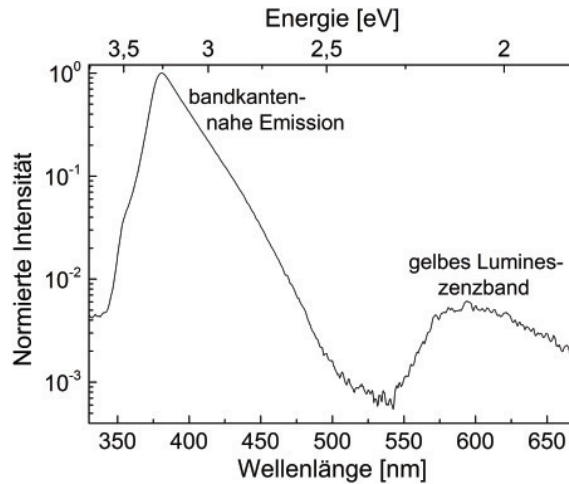


Abb. 3.47: Photolumineszenzmessung einer bei einer Substrattemperatur von 650 °C auf Si(100) deponierten GaN-Schicht (Probentyp E). Die Proben­temperatur betrug 77 K und die Anregungswellenlänge 250 nm.

Es handelt sich hierbei ebenfalls um eine SiN_x -Schicht, wobei Stickstoff bereits vor der Deposition beim Heizprozess auf das Siliziumsubstrat gelangen konnte (siehe AES-Messung in Abb. 3.30). Innerhalb dieser sehr dünnen amorphen Zwischenschicht sind kristalline Bereiche präsent. In der GaN-Schicht sind nahe am Substrat viele kleinere, gegeneinander verdrehte und verkippte Kristallite vorhanden, welche zum Wachstumsbeginn gebildet wurden. Diese Kristallite weisen ein hohes Maß an Stapelfehlern auf, welche offenbar zum Ausgleich der hohen Gitterfehl­anpassung (-17%) führten, da keine ausreichend dicke Zwischenschicht zur Spannungskompensation vorhanden ist. Im weiteren Wachstum der Schicht dominieren die z-GaN(200)-orientierten Kristallite. Des Weiteren weist die Substratoberfläche eine hohe Welligkeit auf, welche eventuell durch einen Galliumangriff während des Heizprozesses und zum Beginn der Deposition verursacht wurde. Aufgrund der fehlenden Stickstoffionenbestrahlung konnte Gallium zum Wachstumsbeginn in direkten Kontakt mit der Siliziumoberfläche treten und dort kurzzeitig „melt-back etching“ verursachen.

In der Photolumineszenzmessung von Probentyp G (650 °C Substrattemperatur) ist einerseits der Peak der bandkantennahen Lumineszenz für z-GaN bei 381 nm (3,25 eV) und andererseits ein breiter und schwacher Peak im Bereich von 560 nm bis 660 nm, welcher dem gelben Spektralbereich zuzuordnen ist, nachzuweisen. Der ermittelte Photonenenergie­wert für die bandkantennahe Emission ist in guter Übereinstimmung

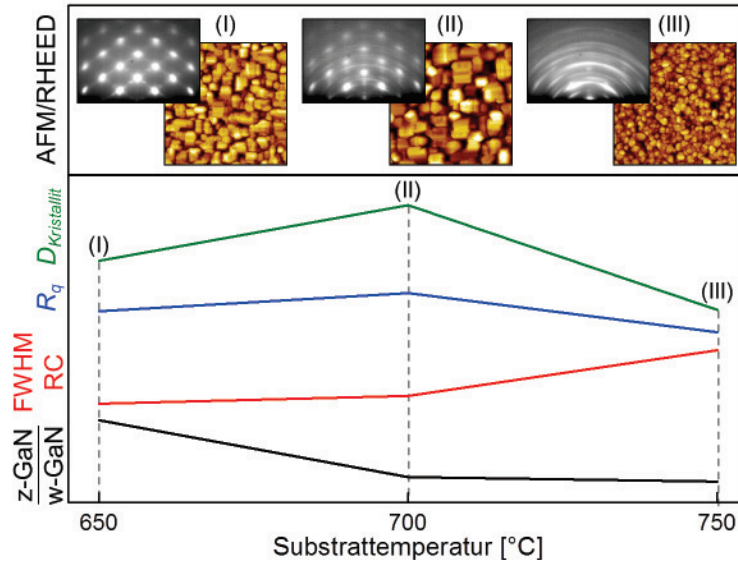


Abb. 3.48: Abhängigkeit des z-GaN(200)/w-GaN(0002)-Verhältnisses und der Halbwertsbreite der z-GaN(200)-Rockingkurven (RC), sowie der RMS-Rauheit und des Kristallitdurchmessers ($D_{Kristallit}$) ermittelt mit AFM, der Topografie und der kristallinen Oberflächenstruktur der direkt auf Si(100) deponierten GaN-Schichten von der Substrattemperatur.

mit dem Literaturwert für kubisches GaN (3,28 eV bei 0 K [21]). Bei einer Wellenlänge von etwa 358 nm (3,46 eV) ist eine kleine Schulter am Peak der bandkantennahen Lumineszenz zu erkennen. Bei dieser Energie liegt üblicherweise die bandkantennahe Lumineszenz des hexagonalen GaNs, sodass diese Schulter von dem in geringem Anteil vorkommenden w-GaN (wie mit XRD nachgewiesen) verursacht wird.

Zusammenfassung: Die Messungen haben gezeigt, dass die GaN-Schichten, die bei einer Substrattemperatur von $\leq 700^\circ\text{C}$ epitaktisch auf Si(100)-Substraten gewachsen wurden, die höchste kristalline Qualität mit einer z-GaN(200)-Orientierung besaßen (siehe Abb. 3.48). Bei Temperaturen $> 700^\circ\text{C}$ waren GaN-Zersetzungseffekte und Einflüsse, die die Bildung von hexagonalem GaN förderten, dominant, sodass die Schichtqualität stark abnahm.

3.5.3 Einfluss des I/A-Verhältnisses

Da das I/A-Verhältnis ein wichtiger Parameter für das GaN-Wachstum ist, wurde dieser bei den im folgenden beschriebenen Probentypen im Bereich von 1,6 bis 6,7 variiert. Der Stickstoffionenfluss betrug konstant $1,6 \times 10^{14}$ Ionen $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$, sodass das entsprechende I/A-Verhältnis über die Variation des Galliumflusses eingestellt wurde. Die GaN-Schichten wurden ohne vorangegangene Stickstoffionenbestrahlung direkt auf das Si(100)-Substrat bei einer Substrattemperatur von 700 °C deponiert, wobei die Depositionszeiten zwischen 90 min und 150 min lagen. In Tab. 3.10 sind die jeweiligen Parameter für die einzelnen Probentypen zusammengefasst. Dabei ist anzumerken, dass bei Probentyp *H* das Schichtwachstum mit einem hohen I/A-Verhältnis begonnen wurde (für eine Dauer von 30 min), welches anschließend auf 1,9 reduziert wurde, um eine größere Schichtdicke für die spätere Charakterisierung zu erzielen.

Die RHEED-Beugungsbilder (Abb. 3.49) der bei unterschiedlichen I/A-Verhältnissen direkt auf Si(100)-Substraten deponierten GaN-Schichten zeigen Unterschiede in der kristallinen Qualität. Probentyp *I* (I/A-Verhältnis: 2,9) zeigt als einziger Probentyp durchbrochene Beugungsringe bzw. breite punktförmige Reflexe im RHEED-Beugungsbild, die auf polykristallin-texturiertes Wachstum hindeuten. Im Gegensatz dazu sind bei Probentyp *H* (I/A-Verhältnis: 6,7-1,9) schmale punktförmige Reflexe der kubischen GaN-Phase zu sehen, die teilweise durch diagonal angeordnete schwächere Reflexe miteinander verbunden sind und eine Facettierung der Kristalle repräsen-

Tab. 3.10: Depositionsparameter der GaN-Schichten, die bei unterschiedlichen I/A-Verhältnissen auf Si(100)-Substraten deponiert wurden. Hierbei wurde bei Probentyp *H* nach einer Depositionsdauer von 30 min das I/A-Verhältnis von 6,7 auf 1,9 verringert, um ein größeres Schichtvolumen zu erzielen.

| Probentyp | I/A-Verhältnis | Temperatur der Effusionszelle [°C] | Galliumfluss [10^{14} Atome $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$] |
|-----------|----------------|---------------------------------------|--|
| <i>H</i> | 6,7-1,9 | 900-1020 | 0,24-0,84 |
| <i>I</i> | 2,9 | 1000 | 0,56 |
| <i>K</i> | 1,9 | 1020 | 0,84 |
| <i>L</i> | 1,6 | 1030 | 1,02 |

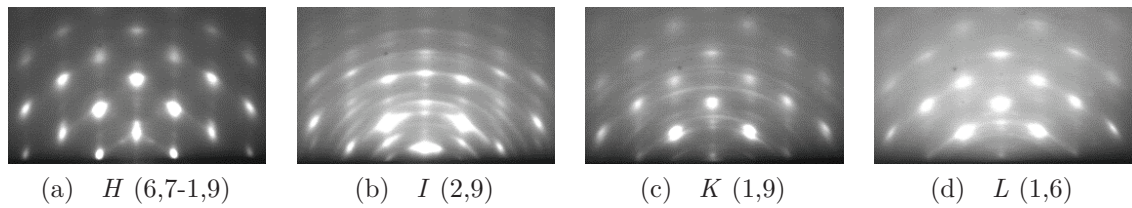


Abb. 3.49: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur z-GaN[110]-Richtung) der GaN-Schichten, die bei unterschiedlichen I/A-Verhältnissen auf Si(100)-Substraten deponiert wurden.

tieren. Intensitätsbeiträge von polykristallin-texturiertem GaN sind nicht zu finden, sodass von einer hohen kristallinen Qualität dieses Probentyps ausgegangen werden kann. Bei den Probentypen *K* und *L* (I/A-Verhältnis: 1,9 bzw. 1,6) sind punktförmige Reflexe des kubischen Polytypen vorhanden, welche durch schwache Beugungsringe überlagert werden, sodass bei diesen Schichten auch polykristallin-texturiertes GaN auftritt. Weiterhin ist bei Probentyp *L* auffällig, dass das RHEED-Bild durch einen diffusen Intensitätsbeitrag überlagert wird.

In den AFM-Aufnahmen der GaN-Schichten (Abb. 3.50) sind entsprechend Unterschiede in der Topografie erkennbar. Die Probentypen *H* und *K* (I/A-Verhältnis: 6,7-1,9 bzw. 1,9) bestehen aus separierten quaderförmigen Kristalliten mit kleinen Stufen an den Oberflächen. Es sind auch hexagonal geformte Strukturen zu finden, welche vereinzelt auftreten. Beim Vergleich dieser beiden Probentypen wird deutlich, dass die Kristallite bei Probentyp *H* kleiner sind (Durchmesser der Kristallite: 80 - 120 nm) als bei Probentyp *K* (Durchmesser der Kristallite: 200 - 220 nm), wahrscheinlich bedingt durch den anfänglich niedrigeren Galliumfluss. Bei Probentyp *I* (I/A-Verhältnis: 2,9) sind keine quaderförmigen Kristallite, sondern kleine polykristallin-texturierte Körner vorhanden. Auch bei dem niedrigsten gewählten I/A-Verhältnis von 1,6 (Probentyp *L*) sind wenige quaderförmige Kristallite zu finden, wobei eine Mischung aus kleineren (Durchmesser: 50 - 60 nm) und größeren Kristalliten (Durchmesser: 100 - 120 nm) vorliegt. Wie bereits aus den RHEED-Beugungsbildern gefolgert, zeigen die Kristallite bei diesem Probentypen eine höhere Verdrehung und Verkipfung als bei den Probentypen *H* und *K*. Zu bemerken ist weiterhin, dass

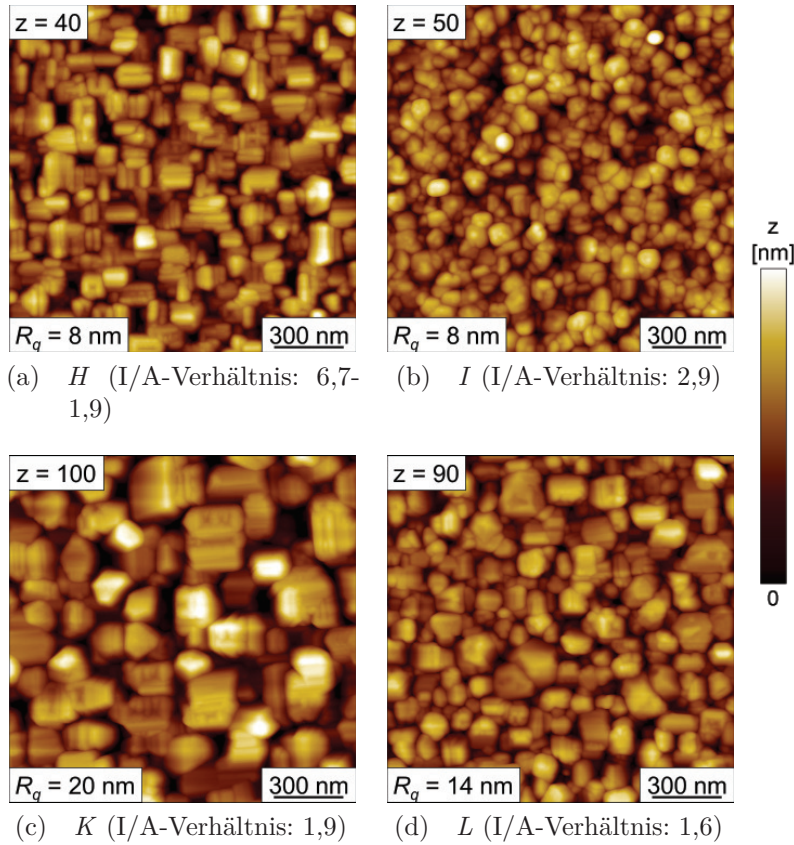


Abb. 3.50: Topografieaufnahmen ($1,5 \times 1,5 \mu\text{m}^2$) gemessen mit AFM der GaN-Schichten, die mit unterschiedlichen I/A-Verhältnissen auf Si(100)-Substraten deponiert wurden.

alle vier Probentypen zum Wachstumsbeginn durchbrochene Beugungsringe in den RHEED-Bildern aufzeigten, welche bei allen Probentypen, außer bei Probentyp H , bis zum Wachstumsende nicht verschwanden. Die Beugungsreflexe des kubischen GaNs bildeten sich nach einer Depositionsdauer von ca. 10 min heraus. Mit Hilfe der XRD-Messungen war es möglich, genauere Aussagen zu den Orientierungen der Kristallite und deren Verkippungen und Verdrehungen zur Wachstumsrichtung zu erhalten.

Aus den $2\theta/\omega$ -Messungen (Abb. 3.51a) wird ersichtlich, dass bei Probentyp K (I/A-Verhältnis: 1,9) der höchste Anteil an (200)-orientierten kubischen GaN vorhanden ist (siehe auch Tab. 3.11, Intensitätsverhältnis z-GaN zu w-GaN: 3,5). Bei Probentyp H (I/A-Verhältnis: 6,7-1,9) dagegen, ist der z-GaN(200)-Anteil geringer (Intensitätsverhältnis z-GaN zu w-GaN: 1,6), stattdessen ist ein höherer Anteil von w-GaN(0002) zu finden. Bei den Probentypen I und L (I/A-Verhältnis: 2,9 bzw. 1,6)

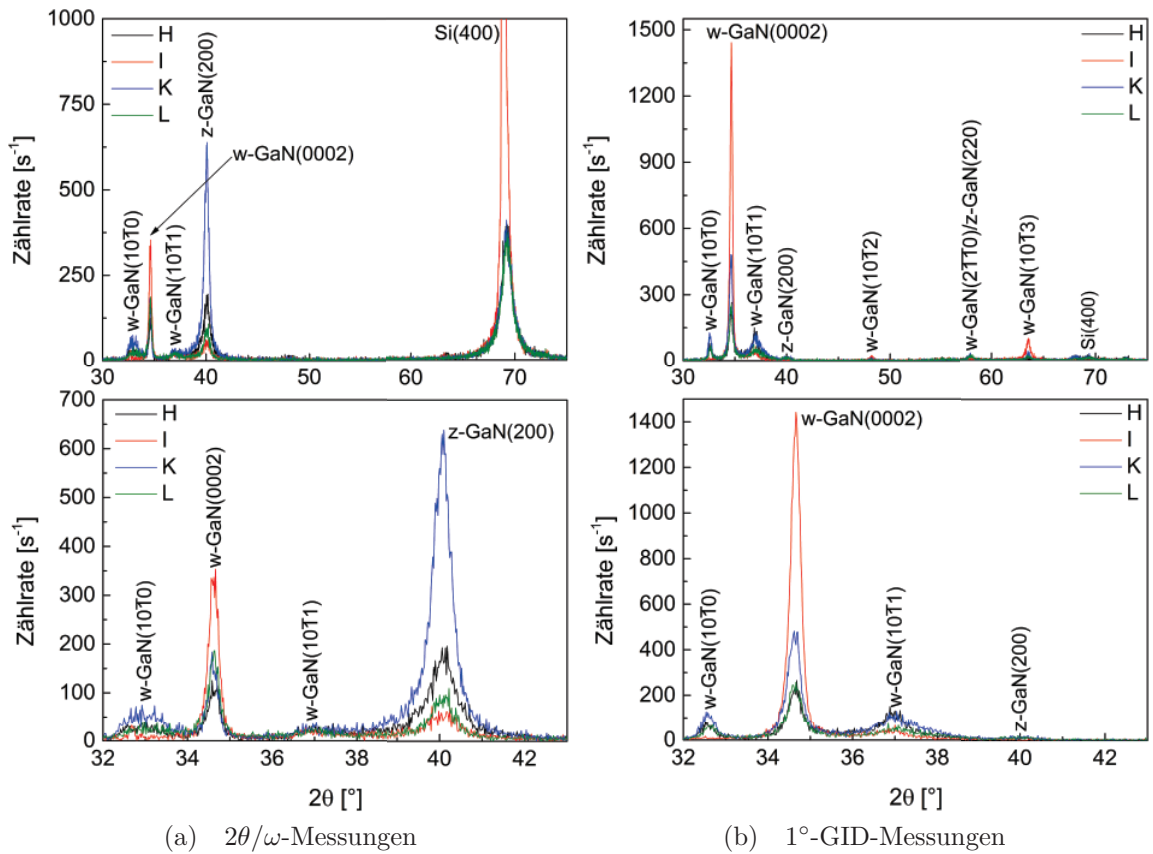


Abb. 3.51: XRD $2\theta/\omega$ - und 1° -GID-Messungen der GaN-Schichten, die bei unterschiedlichen I/A-Verhältnissen (6,7-1,9 bei Probentyp *H*, 2,9 bei Probentyp *I*, 1,9 bei Probentyp *K* und 1,6 bei Probentyp *L*) auf Si(100)-Substraten deponiert wurden.

ist der Anteil kubischen GaNs sehr gering (Intensitätsverhältnis z-GaN zu w-GaN: 0,2 bzw. 0,6), wobei er bei Probentyp *I* am niedrigsten ist. Gleichzeitig tritt bei Probentyp *I* der höchste Anteil c-Achsen-orientierten hexagonalen Materials in den 1° -GID-Messungen (Abb. 3.51b) auf. Weiterhin ist der z-GaN(200)-Reflex in den 1° -GID-Messungen bei allen Probentypen kaum vom Untergrund zu unterscheiden und die meiste Intensität ist im w-GaN(0002)-Reflex zu verzeichnen. Insofern besitzen die (200)-orientierten kubischen Kristallite eine geringere Verkippung als die hexagonalen Kristallite.

Die z-GaN(200)-Rockingkurven weisen, wie erwartet, Unterschiede in den Halbwertsbreiten auf, wobei Probentyp *K* die schmalste Rockingkurve mit $3,7^\circ$ Halbwertsbreite besitzt. Probentyp *L* zeigt die Rockingkurve mit der größten Halbwertsbreite ($6,8^\circ$) auf, obwohl das I/A-Verhältnis lediglich um 0,3 geringer gewählt war als bei

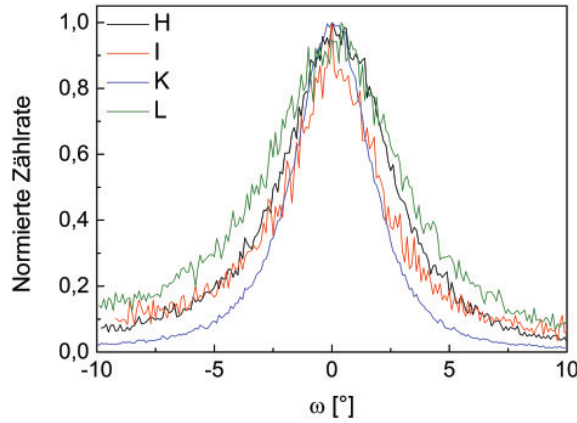


Abb. 3.52: z-GaN(200)-Rockingkurven der GaN-Schichten, welche bei unterschiedlichen I/A-Verhältnissen auf Si(100)-Substraten hergestellt wurden. Hierbei betrug das I/A-Verhältnis bei Probentyp *H* 6,7-1,9, bei Probentyp *I* 2,9, bei Probentyp *K* 1,9 und bei Probentyp *L* 1,6.

Probentyp *K*. Offenbar erweist sich ein zu niedriges I/A-Verhältnis bei der Deposition als nachteilig. Genauso führt ein zu hohes I/A-Verhältnis zu einer breiten z-GaN(200)-Rockingkurve, da bei den Probentypen *H* und *I* die Halbwertsbreiten mit $5,4^\circ$ bzw. $4,5^\circ$ größer sind im Vergleich zu Probentyp *K*. Anzumerken ist, dass bei Probentyp *H* anhand der RHEED- und AFM-Messungen eine vergleichsweise hohe kristalline Qualität vermutet wurde, welche sich nicht durch die XRD-Messungen bestätigen ließ, da die Kristallite eine hohe mittlere Verkipfung besaßen.

Die φ -Messungen des z-GaN(111)- und w-GaN($10\bar{1}1$)-Reflexes (Abb. 3.53) weisen geringe Unterschiede zwischen den Probentypen auf. In den z-GaN{111}- φ -Messungen sind die zu erwartenden vier Peaks vorhanden, welche für den Probentyp *K* (I/A-Verhältnis: 1,9) die geringste Halbwertsbreite von $3,1^\circ$ und für den Probentypen *L*

Tab. 3.11: Intensitätsverhältnisse des z-GaN(200)-Reflexes zum w-GaN(0002)-Reflex, sowie die zugehörigen Halbwertsbreiten der gemessenen z-GaN(200)-Rockingkurven und der Peaks in den φ -Messungen für die GaN-Schichten, die bei unterschiedlichen I/A-Verhältnissen hergestellt wurden.

| Proben- typ | z-GaN(200)/ w-GaN(0002) | FWHM RC z-GaN(200) | FWHM φ -Messungen w-GaN{ $10\bar{1}1$ } | z-GaN{111} |
|----------------|----------------------------|-----------------------|--|-------------|
| <i>H</i> | 1,6 | $5,4^\circ$ | $4,3^\circ$ | $3,0^\circ$ |
| <i>I</i> | 0,2 | $4,5^\circ$ | $3,5^\circ$ | $3,0^\circ$ |
| <i>K</i> | 3,5 | $3,7^\circ$ | $3,1^\circ$ | $2,3^\circ$ |
| <i>L</i> | 0,6 | $6,8^\circ$ | $5,0^\circ$ | $3,0^\circ$ |

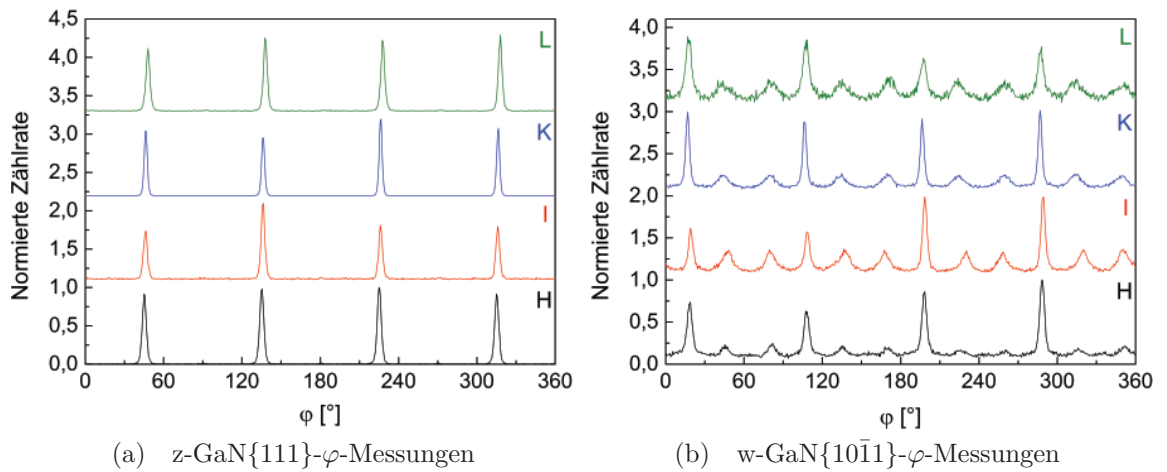


Abb. 3.53: z-GaN{111}- und w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}-φ-Messungen der bei verschiedenen I/A-Verhältnissen auf Si(100)-Substraten deponierten GaN-Schichten. Hierbei wurde Probenotyp *H* bei einem I/A-Verhältnis von 6,7-1,9, Probenotyp *I* bei 2,9, Probenotyp *K* bei 1,9 und Probenotyp *L* bei 1,6 hergestellt.

die größte Halbwertsbreite ($5,0^\circ$) besitzen (siehe Tab. 3.11). Die w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}-φ-Messungen enthalten die vier bereits bekannten intensiveren Peaks mit den paarweise dazwischenliegenden schwächeren Peaks. Dabei sind die paarweise auftretenden schwächeren Peaks bei Probenotyp *H* (I/A-Verhältnis: 6,7-1,9) am wenigsten intensiv und bei den Probenotyp *I* bzw. *L* (I/A-Verhältnis: 2,9 bzw. 1,6) am intensivsten ausgeprägt. Genauere Aussagen liefern die vollständigen Polfigurmessungen.

In den *in plane* Polfigurmessungen des Probenotyps *I* (I/A-Verhältnis: 2,9, Abb. 3.54) sind breitere Poldichtemaxima als bei den zuvor gezeigten Polfigurmessungen zu verzeichnen, bedingt durch die geringere kristalline Qualität des Probenotyps. Die Zuordnung der Poldichtemaxima für den kubischen als auch für den hexagonalen Polytypen erfolgt im Abschnitt 3.5.5. Dabei ist eine vierfach auftretende 180° -Rotationsverzwillingung 1. Ordnung vorhanden, welche die zusätzlichen Poldichtemaxima in den Polfiguren der z-GaN-Reflexe erzeugt. Die Poldichtemaxima in den Polfigurmessungen der w-GaN-Reflexe wurden dagegen von verkipptem c-Achsen-orientierten GaN verursacht, dessen c-Achse um ca. 55° und 18° gegen die Wachstumsrichtung gekippt ist.

Die Photolumineszenzmessungen der verschiedenen Probenotypen (siehe Abb. 3.55) weisen Unterschiede sowohl in der bandkantennahen als auch in der sogenannten

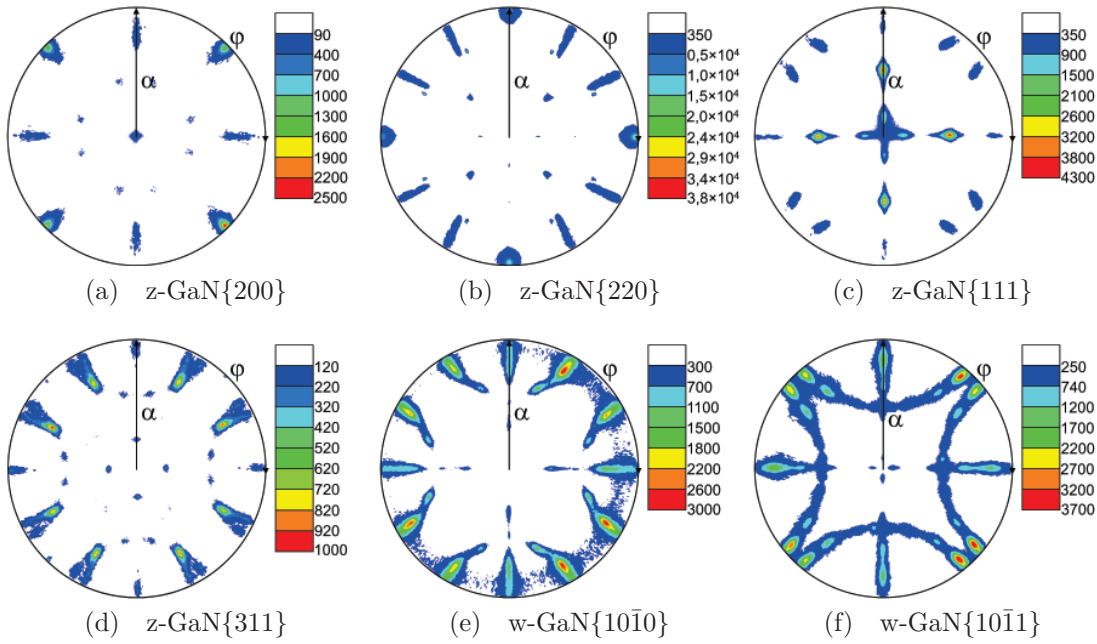


Abb. 3.54: *In plane* Polfigurmessungen (lineare Darstellung) der bei einem I/A-Verhältnis von 2,9 auf ein Si(100)-Substrat deponierten GaN-Schicht (Probentyp *I*).

gelben Lumineszenz auf. Probentyp *H* (I/A-Verhältnis: 6,7-1,9) zeigt lediglich einen breiten Peak bei einer Wellenlänge von 381 nm (3,25 eV), welcher der bandkantennahen Lumineszenz des kubischen GaNs zuzuordnen ist, und ein schwächeres Lumineszenzmaximum im gelben Spektralbereich. Bei Probentyp *I* (I/A-Verhältnis: 2,9) ist ein breiter und verrauschter Peak bei 371 nm (3,34 eV) zu sehen, der weder dem kubischen noch dem hexagonalen GaN zugeordnet werden kann. Eine mögliche Ursache für diesen Peak könnte die polykristallin-texturierte Orientierung des Probenotyps sein, wobei keine Lumineszenz im gelben Spektralbereich zu beobachten war. Obwohl Probentyp *L* (I/A-Verhältnis: 1,6) nur einen geringen Anteil kubischen GaNs mit einer hohen Rockingkurvenhalbwertsbreite aufwies, ist bei dieser GaN-Schicht eine intensive nahe Bandkantenlumineszenz von z-GaN bei 380 nm (3,26 eV) zu erkennen. Bei 356 nm ist eine schwächere bandkantennahen Lumineszenz von w-GaN beobachtbar. Eine gelbe Lumineszenz trat bei diesem Probentypen nicht auf. Zu bemerken ist, dass bei diesem Probentypen die Intensität der bandkantennahen Lumineszenz vor der Normierung am höchsten war im Vergleich zu den anderen Probentypen. Zudem wurden in den Messungen unterschiedliche Lagen der jeweiligen

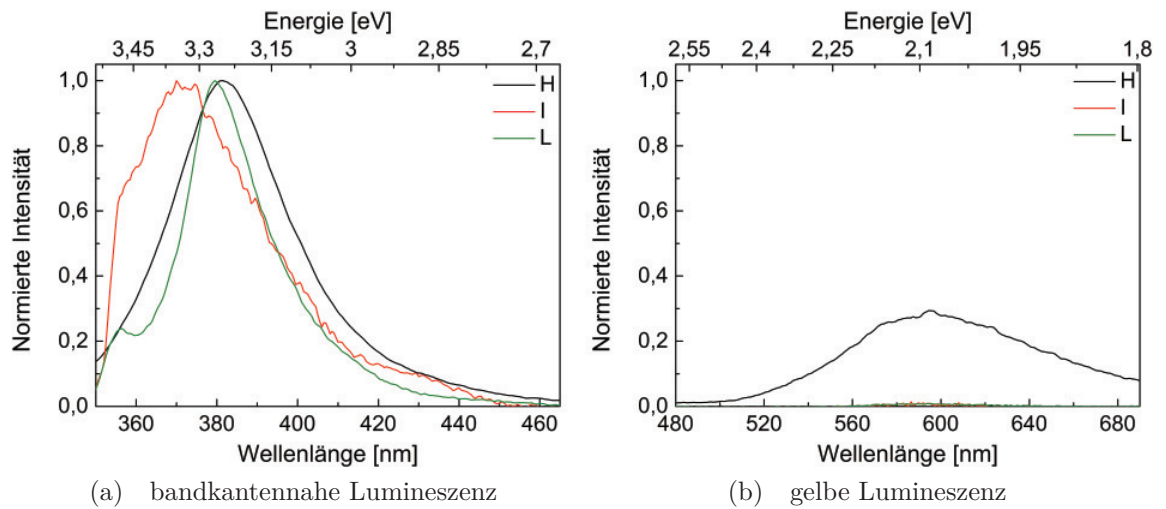


Abb. 3.55: Photolumineszenzmessungen der bei verschiedenen I/A-Verhältnissen auf Si(100)-Substraten deponierten GaN-Schichten (Probentyp *H*: 6,7-1,9, Probentyp *I*: 2,9 und Probentyp *L*: 1,6). Aus der Gründen der Übersichtlichkeit wurden die Messungen in zwei unterteilten Wellenlängenbereichen normiert dargestellt. Die Probertemperatur während der Messung betrug 77 K und die Anregungswellenlänge 250 nm.

bandkantennahen Lumineszenzen festgestellt. Dies kann einerseits messtechnisch bedingt sein, es kann andererseits aber auch an den Unterschieden in der kristallinen Qualität zwischen den einzelnen Probenotypen liegen.

Zusammenfassung: Die GaN-Schicht, die bei einem I/A-Verhältnis von 1,9 ohne vorangegangene Stickstoffionenbestrahlung des Si(100)-Substrates hergestellt wurde, wies ein epitaktisches Wachstum mit der höchsten kristallinen Qualität auf (siehe Abb. 3.56). Ein höheres (2,9) bzw. niedrigeres I/A-Verhältnis (1,6) stellte sich als nachteilig für das GaN-Schichtwachstum heraus, da diese GaN-Schichten neben epitaktisch orientierten GaN auch mehr oder weniger polykristallin-texturiertes GaN enthielten.

3.5.4 Diskussion der Ergebnisse

Ein vorwiegend kubischer Phasenanteil der GaN-Schichten auf Si(100)-Substraten ist laut Literatur nicht zwangsläufig zu erwarten. Die wenigsten Arbeitsgruppen erhielten kubisches GaN beim Wachstum auf Si(100)-Substraten [111, 118–121], stattdessen wuchsen die GaN-Schichten hexagonal (a- bzw. c-Achsen-orientiert)

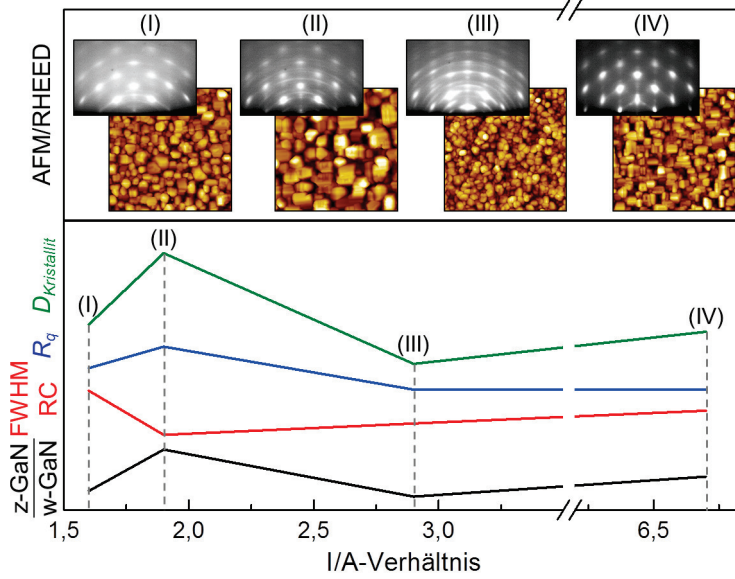


Abb. 3.56: Abhängigkeit des z-GaN(200)/w-GaN(0002)-Verhältnisses und der Halbwertsbreite der z-GaN(200)-Rockingkurven (RC), sowie der RMS-Rauheit und des Kristallitdurchmessers ($D_{\text{Kristallit}}$) ermittelt mit AFM, der Topografie und der kristallinen Oberflächenstruktur der direkt auf Si(100) deponierten GaN-Schichten vom I/A-Verhältnis.

[107, 110, 112–114, 122–130]. Teilweise wurde auf Si(100)-Substraten das Wachstum von polykristallin-texturiertem GaN beobachtet [131, 132]. Insofern besteht die Besonderheit der in der vorliegenden Arbeit deponierten GaN-Schichten in dem weit überwiegenden kubischen Anteil mit (200)-Orientierung und der vergleichsweise geringen Verkipfung und Verdrehung der Kristallite zur Wachstumsrichtung (FWHM der z-GaN(200)-Rockingkurve: $2,8^\circ$). Zudem gibt es wenige Arbeiten zur Deposition von GaN-Schichten auf nitridierten Si(100)-Substraten [113, 114], da die meisten Arbeitsgruppen Pufferschichten wie zum Beispiel AlN [107, 110, 121], SiC [111, 120], BP [118, 119], SiCN [131], MnS [125], ZnO [112] oder Graphen [133] für das Wachstum von GaN auf Si(100) eingesetzt haben oder das GaN sogar direkt auf Si(100) abgeschieden haben [122–124, 128–130]. Lediglich Joag et al. [124] verwendeten zur direkten Abscheidung von GaN auf Si(100) ein ionenstrahlbasiertes Verfahren (Stickstoffionenenergie: 500 eV). Jedoch erfolgte die Abscheidung bei RT, sodass amorphe GaN-Schichten erhalten wurden. Bhat et al. [113, 114] dagegen deponierten GaN-Schichten auf nitridierten Si(100)-Substraten, wobei das Stickstoffplasma mit einer RF-Plasmaquelle erzeugt wurde. Die Substrattemperatur während der Nitridation wurde von Bhat et al. zu 600°C bzw. 800°C gewählt.

Außerdem wurde von ihnen eine GaN-Schicht direkt auf Si(100) deponiert. Die GaN-Schichten, welche direkt auf Si(100) abgeschieden wurden, bestanden bei Bhat et al. aus einer Mischung von w-GaN(0002) und z-GaN(200). Auf den nitridierten Si(100)-Substraten erhielten sie rein c-Achsen-orientierte w-GaN-Schichten mit w-GaN(0002)-Rockingkurvenhalbwidths von $0,13^\circ$ - $0,11^\circ$. Zudem stellten sie eine zunehmende kristalline Qualität der Si_3N_4 -Zwischenschicht mit steigenden Proben-temperatur fest. Ein Vergleich mit der vorliegenden Arbeit bestätigt eine Mischung aus z-GaN(200) und w-GaN(0002), wenn die GaN-Schicht direkt auf Si(100) deponiert wird, jedoch war in der hier vorliegenden Arbeit laut $2\theta/\omega$ -Messung ein intensiverer z-GaN(200)-Reflex vorhanden. Auf den nitridierten Si(100)-Substraten wurden dagegen keine rein hexagonalen GaN-Schichten erhalten, sondern die GaN-Schichten bestanden vorwiegend aus z-GaN(200). Der Grund hierfür ist, dass die GaN-Schichten bei Bhat et al. vermutlich epitaktisch zur Si_3N_4 -Zwischenschicht gewachsen sind und nicht zum Si(100)-Substrat. In der vorliegenden Arbeit war nur ein epitaktisches Wachstum der GaN-Schichten auf Si(100) bei einer ausreichend dünnen SiN_x -Zwischenschicht möglich. Zudem haben Bhat et al. ebenfalls amorphe Bereiche in der Zwischenschicht beobachtet und somit bestätigt, dass die Zwischenschicht nur teilweise kristallin war. In der vorliegenden Arbeit konnte keine zunehmende kristalline Qualität der SiN_x -Schicht mit steigender Substrattemperatur ermittelt werden. Gemeinsam war jedoch, dass die GaN-Schichten bei Bhat et al. in separierten Kristalliten wuchsen, wobei bei der Abscheidung direkt auf Si(100) auch quaderförmige Kristallite zu erkennen waren. Ein Vergleich der Ergebnisse zwischen Bhat et al. und der vorliegenden Arbeit hat gezeigt, dass die GaN-Schichten unter Verwendung einer teilweise kristallinen Zwischenschicht eine gänzlich unterschiedliche kristalline Orientierung aufwiesen.

3.5.5 Auswertung der *in plane* Polfigurmessungen

Zuordnung der Poldichtemaxima in der z-GaN{200}-Polfigur

In der gemessenen z-GaN{200}-Polfigur (siehe Abb. 3.57) sind vier intensive Poldichtemaxima bei $\alpha = 90^\circ$, ein Poldichtemaximum im Zentrum bei $\alpha = 0^\circ$, acht intensitätsschwache Poldichtemaxima bei $\alpha = 48^\circ$ und vier, in α -Richtung verbreiterte, Poldichtemaxima bei $\alpha \approx 73^\circ$ zu sehen. Die insgesamt fünf Poldichtemaxima bei $\alpha = 0^\circ$ und $\alpha = 90^\circ$ sind die für einen unverzwilligten kubischen Kristall mit (100)-Orientierung zu erwartenden Poldichtemaxima. Dabei entsprechen die vier äußeren Poldichtemaxima den vier Seitenflächen der kubischen Einheitszelle und das Poldichtemaximum im Zentrum entspricht der Deck bzw. Bodenfläche. Die anderen 12 schwächeren Poldichtemaxima wurden von einer vierfach auftretenden Rotationsverzwilligung 1. Ordnung verursacht, bei welcher der Zwillingskristallit um 180° um die [111]-Richtung des ursprünglichen Kristalls rotiert ist. Da die gemessene Intensität der entsprechenden Poldichtemaxima gering ist, kann gefolgert werden, dass der Anteil an Rotationszwillingskristalliten geringer ist als der Anteil an unverzwilligten Kristalliten.

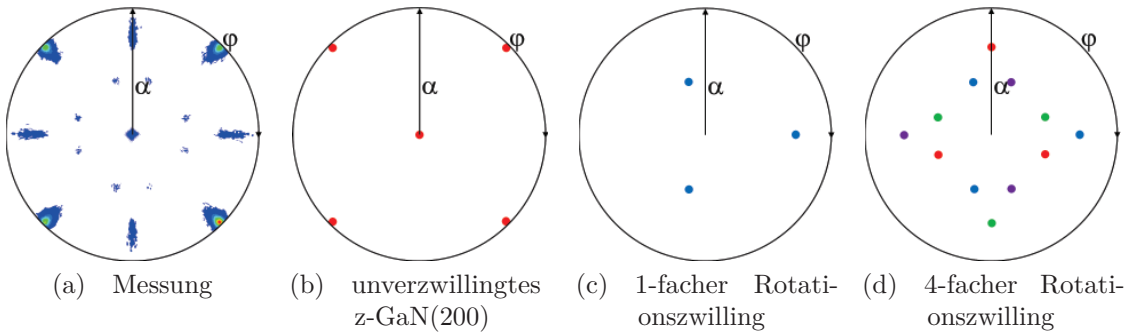


Abb. 3.57: Gemessene *in plane* z-GaN{200}-Polfigur, mit den zugehörigen modellierten z-GaN{200}-Polfiguren für (200)-orientiertes epitaktisches kubisches GaN. Bei der Rotationsverzwilligung handelt es sich um einen 180° -Rotationszwilling 1. Ordnung mit den [111]-Richtungen als Rotationsachsen.

Zuordnung der Poldichtemaxima in der z-GaN{220}-Polfigur

Bei einer z-GaN{220}-Polfigur von einem unverzwilligten (200)-orientierten kubischen GaN sind vier innen liegende Poldichtemaxima bei $\alpha = 45^\circ$ und vier außen liegende Poldichtemaxima bei $\alpha = 90^\circ$, welche in φ -Richtung um 45° gegeneinander verdreht liegen, zu erwarten. Diese acht Poldichtemaxima treten dominant in der gemessenen Polfigur (siehe Abb. 3.58a) auf, jedoch sind acht weitere, intensitätsschwächere und in φ -Richtung sehr verbreiterte Poldichtemaxima bei $\alpha = 71^\circ - 89^\circ$ zu finden. Diese lassen sich durch die vierfache Rotationsverzwilligung 1. Ordnung erklären, wobei die Besonderheit auftritt, dass sich die bei $\alpha = 45^\circ$ und $\alpha = 90^\circ$ liegenden Poldichtemaxima der unverzwilligten Kristallite und der Zwillingskristallite überlagern. Außerdem treten in der Messung sehr scharfe und intensive Poldichtemaxima bei $\alpha = 25^\circ$ und $\alpha = 73^\circ$ auf, welche dem Si(100)-Substrat zuzuordnen sind. Es handelt sich dabei um Intensitätsbeiträge der Si{311}-Polfigur, da in der $2\theta/\omega$ -Messung der Si(311)-Reflex bei einem ähnlichen Winkel wie der z-GaN(220)-Reflex erscheint. Aus der Lage der Poldichtemaxima konnte die epitaktische Beziehung zwischen GaN-Schicht und Substrat zu z-GaN(100)||Si(100) und z-GaN[010]||Si[010] bestimmt werden.

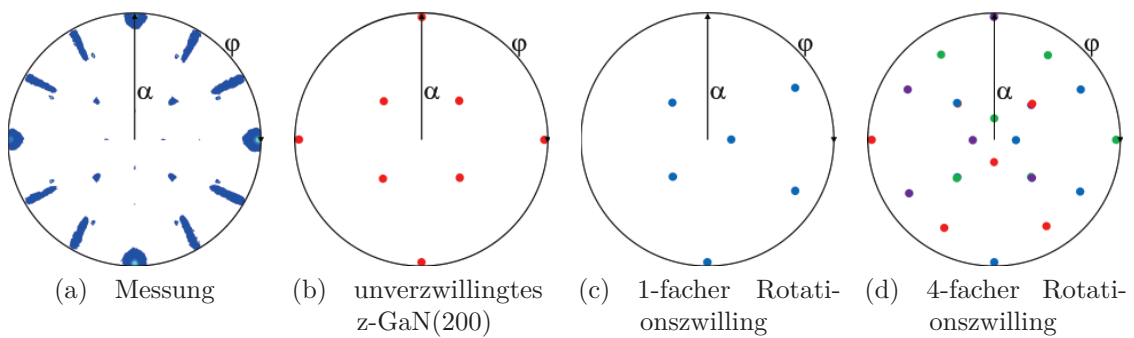


Abb. 3.58: Gemessene *in plane* z-GaN{220}-Polfigur, mit den zugehörigen modellierten z-GaN{220}-Polfiguren für (200)-orientiertes kubisches GaN. Bei der Rotationsverzwilligung handelt es sich um einen 180° -Rotationszwilling 1. Ordnung mit der [111]-Richtung als Rotationsachse. Die sehr schmalen und intensiven Peaks stammen vom Si(100)-Substrat.

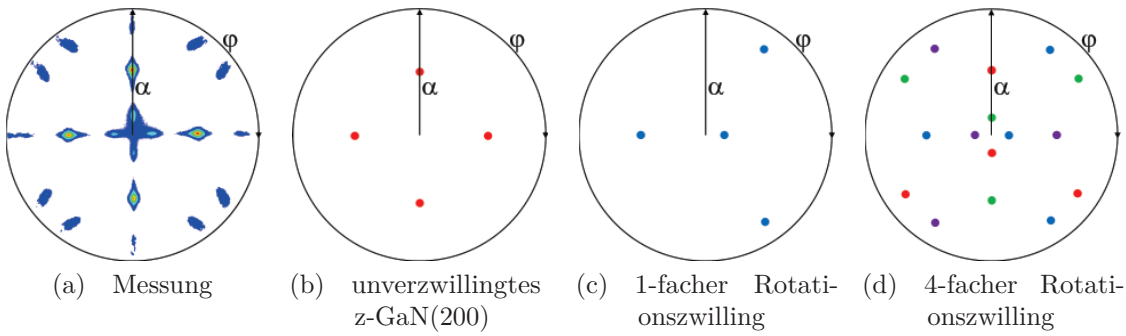


Abb. 3.59: Gemessene *in plane* z-GaN{111}-Polfigur, mit den zugehörigen modellierten z-GaN{111}-Polfiguren für (200)-orientiertes kubisches GaN. Bei der Rotationsverzwillingung handelt es sich um eine 180°-Verzwillingung 1. Ordnung mit der z-GaN[111]-Richtung als Rotationsachse.

Zuordnung der Poldichtemaxima in der z-GaN{111}-Polfigur

Eine z-GaN{111}-Polfigur beinhaltet normalerweise vier Poldichtemaxima bei $\alpha = 54^\circ$ (Schnittwinkel zwischen (200)- und (111)-Ebene) für ein unverzwilligtes (200)-orientiertes kubisches Material. In der zugehörigen Messung (Abb. 3.59) treten neben diesen vier Poldichtemaxima einige weitere schwächere Poldichtemaxima auf, welche durch das Vorhandensein der zuvor genannten, vierfach vorkommenden 180°-Rotationsverzwillingung 1. Ordnung mit den z-GaN[111]-Richtungen als Rotationsachsen erklärt werden können. Anzumerken ist, dass bei $\alpha = 54^\circ$ sowohl Poldichtemaxima der unverzwilligten Kristallite als auch Poldichtemaxima der Zwillingskristallite auftreten. Ungeklärt bleibt jedoch die Zuordnung der vier sehr schwachen, außen auftretenden Poldichtemaxima bei $\varphi = 0^\circ, 90^\circ, 180^\circ$ und 270° .

Zuordnung der Poldichtemaxima in der z-GaN{311}-Polfigur

In einer z-GaN{311}-Polfigur eines (200)-orientierten kubischen Materials sind vier Poldichtemaxima bei $\alpha = 26^\circ$ und acht Poldichtemaxima bei $\alpha = 71^\circ$ zu erwarten (siehe Abb. 3.60). Unter Berücksichtigung der bereits erläuterten Rotationsverzwillingung ließen sich alle zusätzlich in der Polfigurmessung vorkommenden Poldichtemaxima erklären. Die Modellierung ergab jedoch weitere 12 Poldichtemaxima bei $\alpha = 45^\circ$, welche in der Messung nicht zu finden sind. Dies könnte daran liegen, dass diese Poldichtemaxima in der Messung zu intensitätsschwach gewesen sind und damit nicht

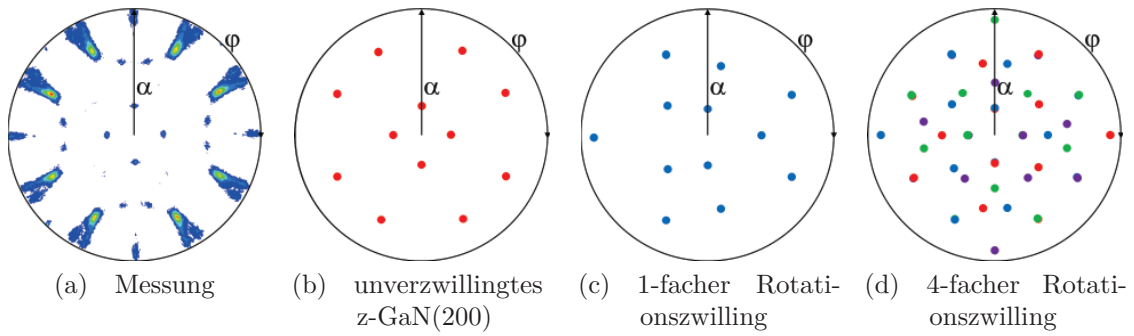


Abb. 3.60: Gemessene *in plane* z-GaN{311}-Polfigur, mit den zugehörigen modellierten z-GaN{311}-Polfiguren für (200)-orientiertes kubisches GaN. Bei der Rotationsverzwilligung handelt es sich um einen 180°-Rotationszwilling 1. Ordnung mit der z-GaN[111]-Richtung als Rotationsachse.

vom Untergrund zu unterscheiden waren.

Zuordnung der Poldichtemaxima in der w-GaN{10 $\bar{1}$ 0}-Polfigur

In den $2\theta/\omega$ -Messungen der vorangegangenen Abschnitte war im Falle der Bildung von hexagonalem GaN hauptsächlich c-Achsen-orientiertes w-GaN zu finden. Damit sollten in einer typischen w-GaN{10 $\bar{1}$ 0}-Polfigur sechs Poldichtemaxima bei $\alpha = 90^\circ$ zu finden sein. Bei der Betrachtung der gemessenen w-GaN{10 $\bar{1}$ 0}-Polfigur (siehe Abb. 3.61) ist festzustellen, dass diese sechs Poldichtemaxima nicht vorhanden sind, sondern acht Poldichtemaxima bei $\alpha = 82^\circ$, vier bei $\alpha = 73^\circ$, acht bei $\alpha = 67^\circ$ und vier bei $\alpha = 36^\circ$ auftreten. Eine Übereinstimmung zwischen den modellierten Polfiguren und der gemessenen Polfigur ergab sich, wenn die c-Achse um 55° und 18° gekippt wurde und diese beiden Verkippkomponenten vierfach, das heißt um 0° , 90° , 180° und 270° um die Substratnormale rotiert, vorkam. Somit gehören die vier innen liegenden Maxima bei $\alpha = 36^\circ$ und die acht weiter außen liegenden Maxima bei $\alpha = 67^\circ$ zu den w-GaN-Kristalliten mit der um 55° verkippten c-Achse. Die ganz außen liegenden Maxima (vier bei $\alpha = 73^\circ$ und acht bei $\alpha = 82^\circ$) sind den w-GaN-Kristalliten mit den um 18° verkippten c-Achsen zuzuordnen. Es stellt sich die Frage, worin die Ursache für die Verkipfung der w-GaN-Kristallite um 55° und 18° besteht. Eine mögliche Erklärung für die Verkipfung um 55° ist, dass während des Wachstums durch Änderung der Stapelfolge ein Umklappen vom kubischen zum hexagonalen GaN

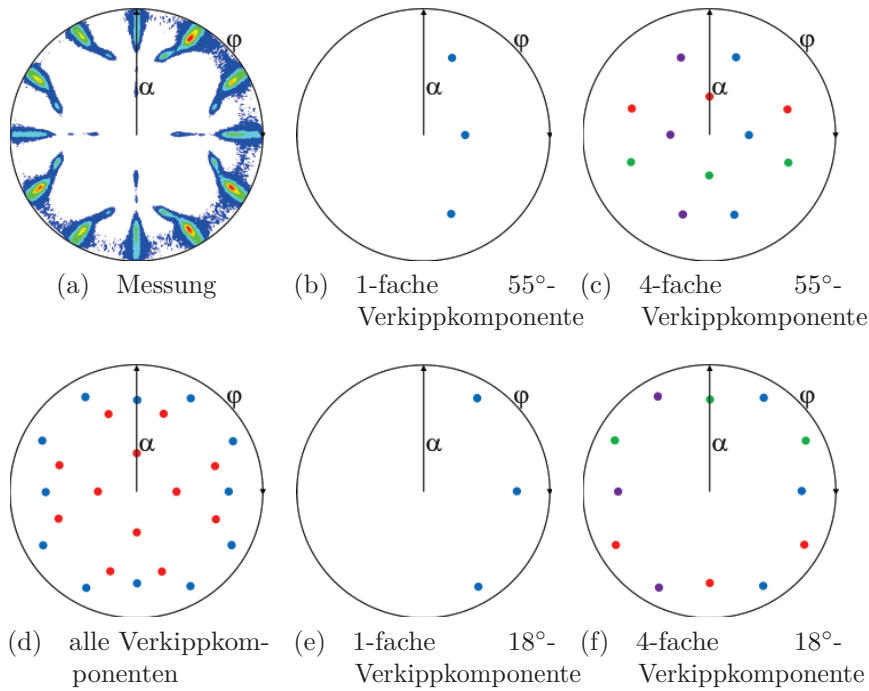


Abb. 3.61: Gemessene *in plane* w-GaN{10 $\bar{1}$ 0}-Polfigur, mit den zugehörigen modellierten w-GaN{10 $\bar{1}$ 0}-Polfiguren für c-Achsen-orientiertes hexagonales GaN, dessen c-Achsen um ca. 55° und ca. 18° verkippt sind.

stattfind, und dass das hexagonale GaN auf den vier kubischen {111}-Ebenen mit c-Achsen-Orientierung weitergewachsen ist. Die ca. 55° entsprechen dem Schnittwinkel zwischen der kubischen {111}- und {001}-Ebene von 54,7°. Die z-GaN{111}-Ebenen untereinander schneiden sich wiederum um einen Winkel von 70,5°, wodurch die ca. 18° Verkippfung zustande kommen, da $90^\circ - 70,5^\circ = 19,5^\circ$ nahe an den ermittelten 18° liegt. Zu beachten ist, dass die Poldichtemaxima in den gemessenen Polfiguren oft verbreitert sind, sodass die ermittelten α -Winkel der Poldichtemaxima um ein bis zwei Grad variieren und folglich auch die ermittelten Verkippungen abweichen können.

Zuordnung der Poldichtemaxima in der w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}-Polfigur

Wie im vorangegangenen Abschnitt erläutert, wurden beim hexagonalen GaN Verkippungen der c-Achse um ca. 55° und ca. 18° gefunden. Eine Modellierung der w-GaN{10 $\bar{1}$ 1}-Polfigur mit diesen beiden jeweils vierfach auftretenden Verkippkomponenten ergab eine Übereinstimmung mit der gemessenen Polfigur (Abb. 3.62).

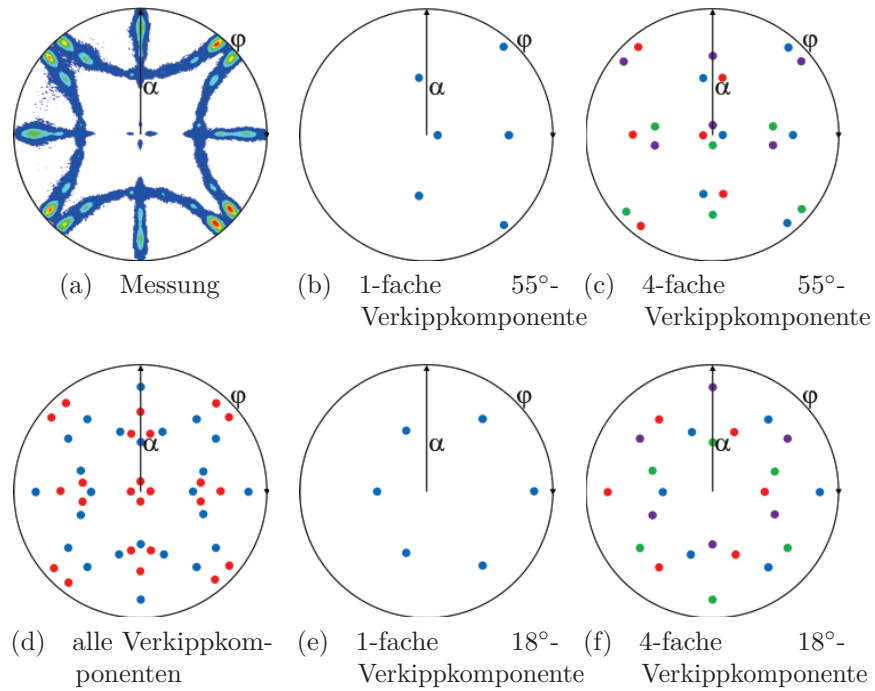


Abb. 3.62: Gemessene *in plane* w-GaN $\{10\bar{1}1\}$ -Polfigur, mit den zugehörigen modellierten w-GaN $\{10\bar{1}1\}$ -Polfiguren für ein c-Achsen-orientiertes hexagonales GaN, dessen c-Achse um 55° und 18° verkippt ist.

Demnach stammen die bei $\alpha = 9^\circ, 51^\circ, 65^\circ$ und 86° auftretenden Poldichtemaxima von dem um 55° verkippten w-GaN und die Poldichtemaxima bei $\alpha = 48^\circ, 55^\circ, 74^\circ$ und 81° von dem um 18° verkippten w-GaN. Auffällig ist, dass genau wie bei der w-GaN $\{10\bar{1}0\}$ -Polfigur, die ganz außen liegenden Maxima die größte Intensität besitzen, sodass davon ausgegangen werden kann, dass eine der beiden Verkippkomponenten häufiger vertreten ist als die andere. In der vorliegenden Polfigurmessung sind die intensiven Poldichtemaxima ganz außen auf das um 55° verkippte w-GaN zurückzuführen, da dieses bei dem gemessenen Probenotypen häufiger auftritt als das um 18° verkippte w-GaN.

3.6 Vergleichende Zusammenfassung der Ergebnisse der auf Si(111)- und Si(100)-Substraten deponierten GaN-Schichten

Zum Vergleich der auf Si(111)- und Si(100)-Substraten deponierten GaN-Schichten wurde repräsentativ jeweils der Probentyp mit der höchsten kristallinen Qualität, gemessen anhand der Halbwertsbreite der Rockingkurve, ausgewählt. Im Falle von GaN auf Si(111) ist das Probentyp *6* und bei den Si(100)-Substraten Probentyp *C* bzw. *E*. Die Herstellungsparameter sind zum Vergleich in Tab. 3.12 zusammengefasst. Die Substratvorbehandlung war für alle Probentypen identisch (30 s ätzen in BHF, 5 min in deionisiertem Wasser, 10 min Ausheizen bei 950 °C). Es variierten lediglich die Fluenzen der Stickstoffionenbestrahlung. Zusätzlich war bei Probentyp *E* die Substrattemperatur während der Deposition mit 650 °C etwas niedriger.

Wie die RHEED- und AFM-Aufnahmen (Abb. 3.63) gezeigt haben, handelt es sich bei den auf 7×7-rekonstruierten Si(111)-Substraten deponierten GaN-Schichten weitestgehend um den hexagonalen Polytypen. Es lag ein (0002)-orientiertes w-GaN-Epitaxiewachstum vor. Dagegen bestanden die GaN-Schichten auf den 2×1-rekonstruierten Si(100)-Substraten hauptsächlich aus z-GaN(200). Charakteristisch für das Wachstum auf beiden Substratorientierungen ist, dass sowohl das hexagonale als auch das kubische GaN dem dreidimensionalen Wachstumsmodus folgt. Auf den Si(111)-Substraten sind die GaN-Schichten in separierten Säulen mit hexagonaler

Tab. 3.12: Ionenbestrahlungs- und Depositionsparameter für ausgewählte GaN-Schichten, die auf Si(111)- und Si(100)-Substraten deponiert wurden und miteinander verglichen werden sollen. Die Substrattemperatur während der Stickstoffionenbestrahlung betrug 700 °C. Für die GaN-Schichtdeposition wurde ein I/A-Verhältnis von 1,9 eingestellt.

| Substrat-orientierung | Fluenz [10 ¹⁸ Ionen cm ⁻²] | Substrat-temperatur [°C] | I/A-Verhältnis | Probentyp |
|-----------------------|--|--------------------------|----------------|-----------|
| Si(111) | 1,2 | 700 | 1,9 | <i>6</i> |
| Si(100) | 0,6 | 700 | 1,9 | <i>C</i> |
| Si(100) | - | 650 | 1,9 | <i>E</i> |

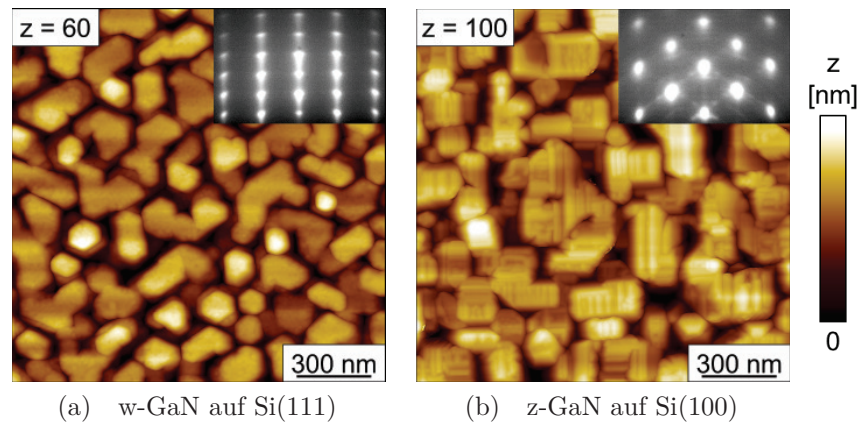


Abb. 3.63: Topografieaufnahmen ($1,5 \times 1,5 \mu\text{m}^2$) gemessen mit AFM mit zugehörigen 30 keV RHEED-Beugungsbildern (Elektronenstrahl parallel zur w-GaN[11 $\bar{2}$ 0]- bzw. z-GaN[110]-Richtung) für je eine GaN-Schicht, die auf einem 7×7 -rekonstruierten Si(111)- bzw. auf einem 2×1 -rekonstruierten Si(100)-Substrat deponiert wurde.

Form gewachsen, deren Deckfläche parallel zur Substratoberfläche lag. Im Gegensatz dazu bestanden die GaN-Schichten auf den (100)-orientierten Siliziumsubstraten aus separierten quaderförmigen Kristalliten mit kleinen Stufen an den Oberflächen, die das Ergebnis einer Verzwilligung in den einzelnen Kristalliten sind.

Mittels XRD-Messungen konnte bestätigt werden, dass es sich bei dem auf Si(111)-Substraten deponierten GaN um c-Achsen-orientiertes w-GaN handelt und auf den Si(100)-Substraten vorwiegend um (200)-orientiertes kubisches GaN (siehe Abb.

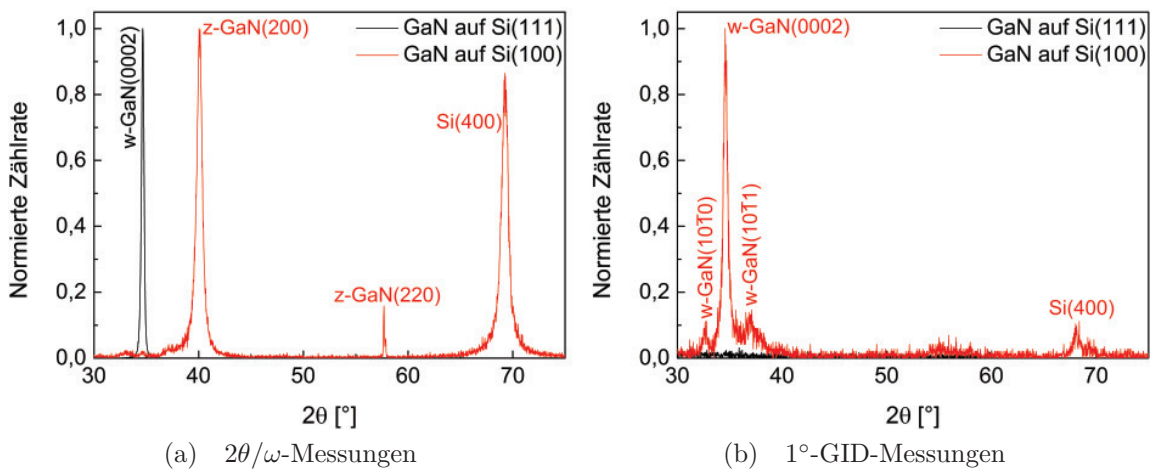


Abb. 3.64: XRD $2\theta/\omega$ - und 1° -GID-Messungen zwei ausgewählter GaN-Schichten, wovon eine auf ein 7×7 -rekonstruiertes Si(111)- und eine auf ein 2×1 -rekonstruiertes Si(100)-Substrat deponiert wurde.

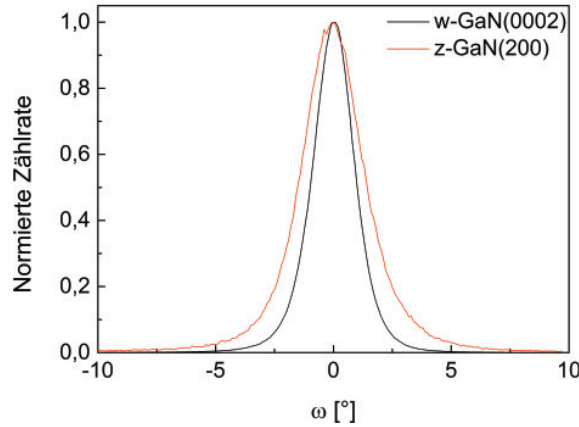


Abb. 3.65: w-GaN(0002)- und z-GaN(200)-Rockingkurve je einer GaN-Schicht, welche auf ein 7×7 -rekonstruiertes Si(111)- und ein 2×1 -rekonstruiertes Si(100)-Substrat deponiert wurde.

3.64). Bei den hexagonalen GaN-Schichten war in den $2\theta/\omega$ - ausschließlich c-Achsen-orientiertes w-GaN zu finden. Die kubischen GaN-Schichten wiesen jedoch neben z-GaN(200) weitere kubische (z-GaN(220)) und hexagonale Reflexe (w-GaN($10\bar{1}0$), w-GaN(0002) und w-GaN($10\bar{1}1$)) auf. Bei den zugehörigen Rockingkurvenmessungen in Abb. 3.65 handelt es sich im Falle von GaN auf Si(111) um die w-GaN(0002)-Rockingkurve und bei GaN auf Si(100) um die z-GaN(200)-Rockingkurve. Die w-GaN(0002)-Rockingkurve besitzt eine Halbwertsbreite von $2,0^\circ$ und die z-GaN-Rockingkurve eine Halbwertsbreite von $2,8^\circ$. Somit sind die hexagonalen GaN-Schichten auf den Si(111)-Substraten durch eine kleinere Halbwertsbreite und somit durch eine geringere mittlere Verkippung der Kristallite um die Wachstumsrichtung ausgezeichnet. Demzufolge ergaben die XRD-Messungen, dass die hexagonalen GaN-Schichten geringfügig schärfer orientiert waren als die kubischen GaN-Schichten.

Die w-GaN $\{10\bar{1}1\}$ - und z-GaN $\{200\}$ /z-GaN $\{111\}$ - φ -Messungen für jeweils eine GaN-Schicht auf Si(111) und auf Si(100) sind in Abb. 3.66 dargestellt. Für die auf dem Si(111)-Substrat deponierte GaN-Schicht sind in den φ -Messungen sechs Peaks für den hexagonalen Polytypen und zweimal drei Peaks (wegen der Verzwillingung) für den kubischen Polytypen zu sehen. Die GaN-Schichten auf den Si(100)-Substraten wiesen dagegen vier Peaks in der z-GaN $\{111\}$ - φ -Messung auf und aufgrund der starken Fehlorientierung des hexagonalen GaNs nur vier intensivere Peaks mit

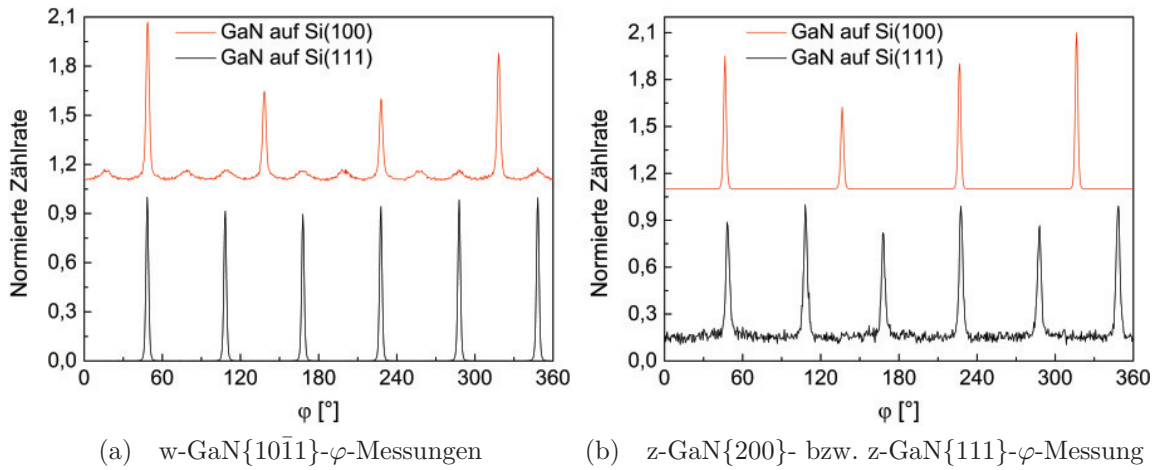


Abb. 3.66: w-GaN{10 $\bar{1}1$ }-Messungen und z-GaN{200}- bzw. z-GaN{111}- φ -Messung der auf ein Si(111)- und ein Si(100)-Substrat deponierten GaN-Schichten. Im Falle der GaN-Schicht auf Si(111) handelt es sich um eine φ -Messung des z-GaN(200)-Reflexes und im Falle von GaN auf Si(100) um den z-GaN(111)-Reflex.

paarweise dazwischenliegenden schwächeren Peaks in der w-GaN{10 $\bar{1}1$ }- φ -Messung. Bei dem hexagonalen Polytypen sind die Peaks für die GaN-Schichten, welche auf Si(111)-Substraten deponiert wurden, etwas schmaler (FWHM: 1,9°) als für die GaN-Schichten auf Si(100)-Substraten (FWHM: 2,5°). Bei den Peaks in den φ -Messungen der kubischen Reflexe ist es umgekehrt. Hier besitzen die Peaks der GaN-Schichten, die auf Si(100)-Substraten deponiert wurden, kleinere Halbwertsbreiten (2,0°) als die Peaks der auf Si(111)-Substraten deponierten GaN-Schichten (FWHM: 2,9°).

Bei einem Vergleich der gemessenen Polfiguren (siehe Abb. 3.67) werden die gravierenden Unterschiede zwischen den GaN-Schichten auf den Si(111)- und Si(100)-Substraten verdeutlicht. Die w-GaN{10 $\bar{1}1$ }-Polfiguren lassen erkennen, dass das c-Achsen-orientierte GaN auf den Si(111)-Substraten ohne Verkipfung gewachsen ist, und dass das w-GaN auf den Si(100)-Substraten eine Verkipfung der c-Achse um 55° bzw. um 18° besitzt. Die Verkipfung auf den (100)-Substraten kam dadurch zustande, dass das c-Achsen-orientierte w-GaN auf den z-GaN{111}-Ebenen weiterwuchs. Aus den w-GaN{2 $\bar{1}\bar{1}0$ }- bzw. z-GaN{220}-Polfigurmessungen konnten die epitaktischen Beziehungen zwischen den GaN-Schichten und den Siliziumsubstraten ermittelt werden, welche wie folgt lauten:

- GaN auf Si(111): w-GaN(0001)||Si(111) und w-GaN[2 $\bar{1}\bar{1}0$]|Si[01 $\bar{1}$] (Abb. 3.68a)

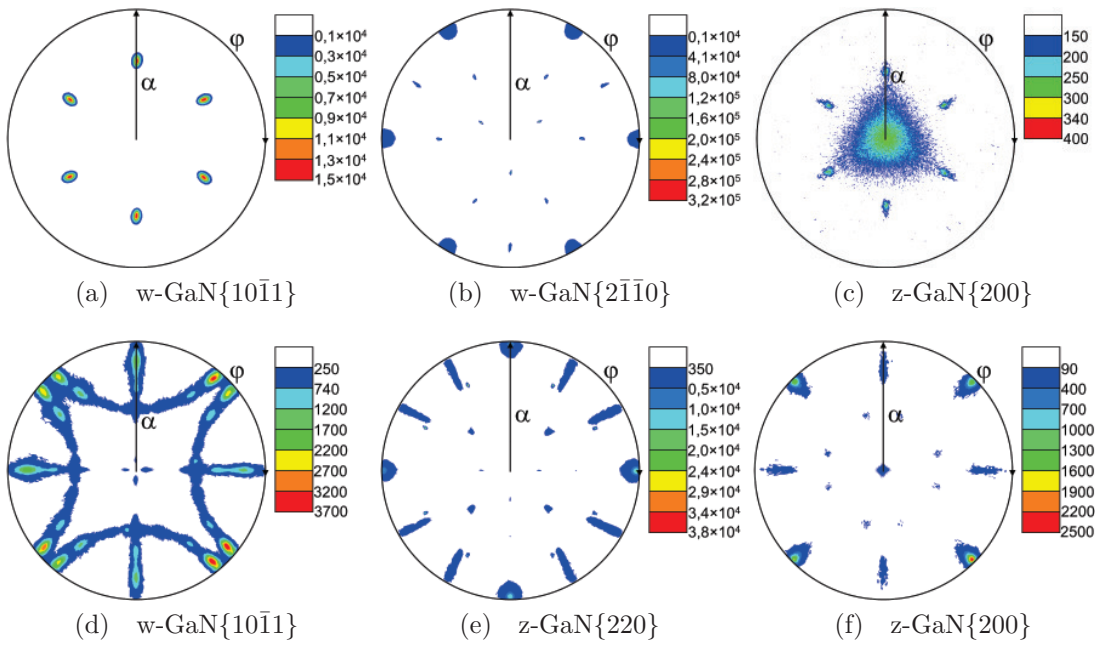


Abb. 3.67: Gemessene *in plane* Polfiguren, je einer GaN-Schicht auf Si(111) (oben) und auf Si(100) (unten). Dabei entspricht die w-GaN{2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0}-Polfigur zugleich einer z-GaN{220}-Polfigur, da beide Reflexe bei dem identischen 2θ -Winkel liegen.

- GaN auf Si(100): z-GaN(100)||Si(100) und z-GaN[010]||Si[010] (Abb. 3.68b)

Weiterhin ging aus den z-GaN{200}-Polfigurmessungen der GaN-Schichten auf den Si(100)-Substraten hervor, dass eine vierfach auftretende 180°-Rotationsverzwillingung 1. Ordnung mit den [111]-Richtungen als Rotationsachsen vorliegt.

Eine detaillierte lokale Betrachtung anhand von STEM-Aufnahmen (Abb. 3.69) verdeutlicht, dass die SiN_x-Zwischenschicht auf den Si(111)-Substraten mit 1-2 nm

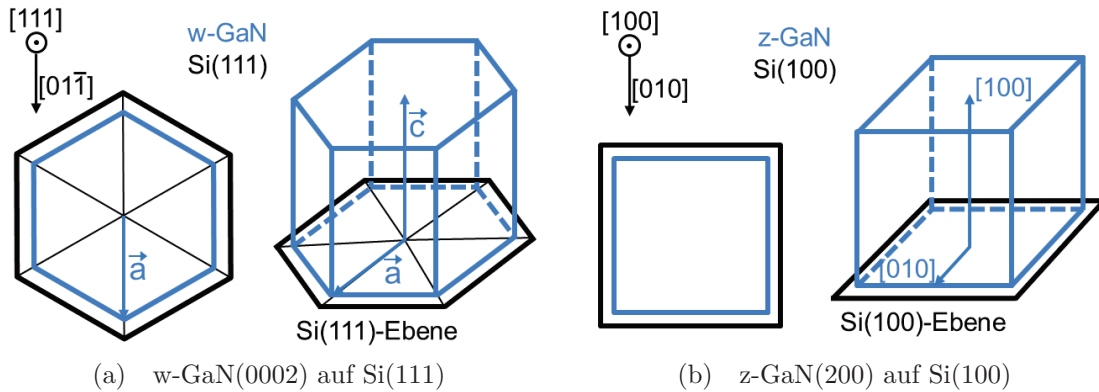


Abb. 3.68: Veranschaulichung der Epitaxiebeziehung zwischen dem c-Achsen-orientierten hexagonalen GaN und dem Si(111)-Substrat und zwischen dem (200)-orientierten kubischen GaN und dem Si(100)-Substrat.

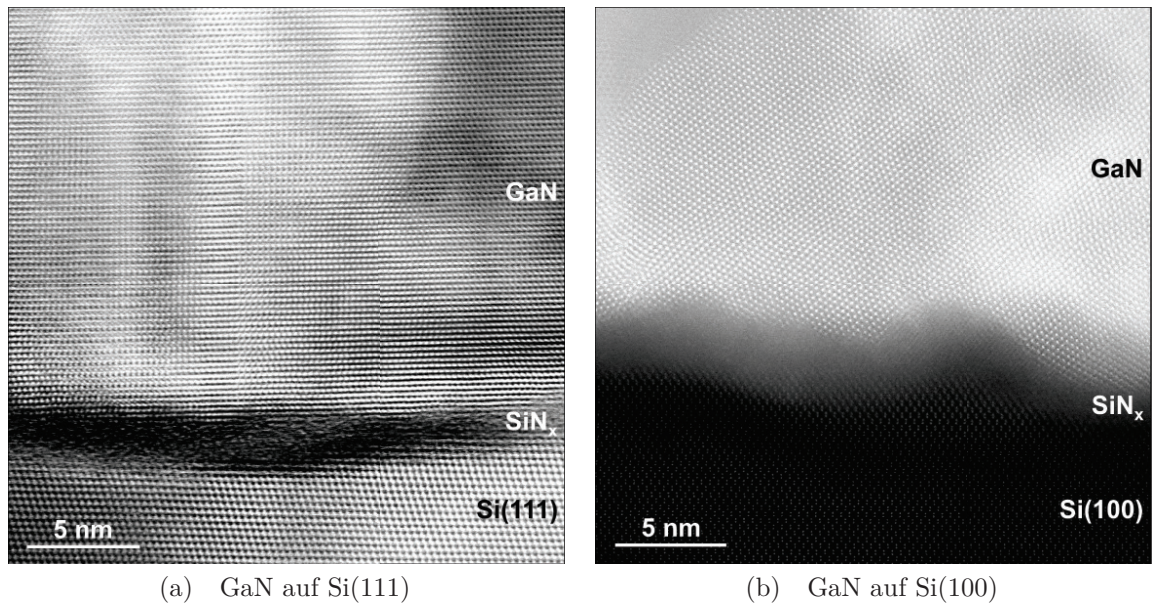


Abb. 3.69: STEM-Messung einer GaN-Schicht, die auf Si(111) deponiert wurde und einer GaN-Schicht auf Si(100). Die Fluenz für die Ionenbestrahlung der rekonstruierten Siliziumoberflächen mit Stickstoffionen betrug $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} für Si(111) und $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} für Si(100).

Dicke dünner ist als auf den Si(100)-Substraten mit 2-3 nm Dicke, obwohl die Fluenz bei der Bestrahlung der rekonstruierten Si(100)-Substratoberflächen mit hyperthermischen Stickstoffionen nur halb so groß war. Eine mögliche Ursache für die verschiedenen Dicken der SiN_x-Zwischenschicht könnte die unterschiedliche atomare Dichte der Si(111)- und Si(100)-Oberflächen sein. Bei der Si(111)-Oberfläche sind die Atome dichter (Maschenweite: 0,384 nm) als bei der Si(100)-Oberfläche (Maschenweite: 0,543 nm) angeordnet, wodurch bei den Si(100)-Oberflächen eine offenere Struktur der Oberfläche vorliegt. Aus diesem Grund kann bei gleicher Fluenz eine höhere Dicke der SiN_x-Schicht durch eine Stickstoffionenbestrahlung erreicht werden. Kristalline Teilbereiche innerhalb der SiN_x-Zwischenschicht konnten dagegen bei beiden Substratorientierungen beobachtet werden. Bei dem kubischen GaN sind wiederum die Stapelfehler zu erkennen, welche vom Si(100)-Substrat bis hin zur Schichtoberfläche reichen und Ursache für die dort befindlichen Stufen sind. Zusätzlich waren bei den GaN-Schichten sowohl auf Si(111) als auch auf Si(100) oftmals kleinere verdrehte Kristallite zu finden, welche in der Nähe der Substratoberfläche vorkamen und auf das zum Beginn des Schichtwachstums stattfindende polykristallin-texturierte Wachs-

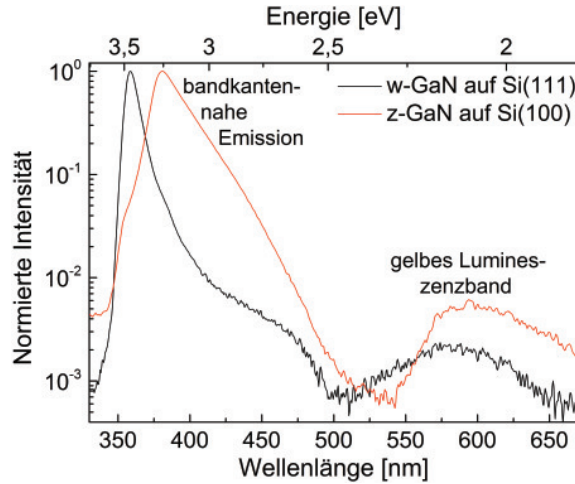


Abb. 3.70: Photolumineszenzmessungen einer hexagonalen und einer vorwiegend kubischen GaN-Schicht, welche auf ein Si(111)- bzw. ein Si(100)-Substrat deponiert wurde. Die Proben-temperatur betrug 77 K und die Anregungswellenlänge 250 nm.

tum zurückzuführen sind. Die GaN-Schichten waren mit zunehmender Schichtdicke homogener und enthielten kaum noch verdrehte Kristallite.

Die Photolumineszenzmessungen bei einer Proben-temperatur von 77 K und einer Anregungswellenlänge von 250 nm sind in Abb. 3.70 dargestellt. Sowohl für das hexagonale als auch für das kubische GaN wurde jeweils ein Peak der zugehörigen bandkantennahen Lumineszenz (359 nm (3,45 eV) bzw. 381 nm (3,25 eV)) detektiert und ein sehr schwacher, breiter Peak, im gelben Spektralbereich. Die bandkantennahe Lumineszenz ist wesentlich intensiver als die sogenannte gelbe Lumineszenz, wobei die Halbwertsbreiten für die bandkantennahe Lumineszenz bei 8 nm (0,07 eV) für das hexagonale GaN und bei 22 nm (0,19 eV) für das kubische GaN liegen. Die gefundenen Werte für die bandkantennahe Lumineszenz weichen leicht von den Literaturwerten ab (w-GaN: 3,47 eV und z-GaN: 3,28 eV bei 0 K [21]), bedingt durch die höhere Temperatur von 77 K. Da es sich bei dem auf Si(100) deponierten GaN nicht ausschließlich um kubisches GaN handelt, wurde in der Messung eine Schulter am bandkantennahen Lumineszenzpeak zu kleineren Wellenlängen hin detektiert, welche dem vorhanden hexagonalen GaN zuzuordnen ist.

Fazit

GaN auf Si(111): Die in der vorliegenden Arbeit präsentierten Ergebnisse zeigen, dass die mittels IBA-MBE auf 7×7 -rekonstruierten und mit Stickstoffionen bestrahlten Si(111)-Substraten deponierten GaN-Schichten ausschließlich hexagonal mit c-Achsen-Orientierung gewachsen werden können, wobei die höchste kristalline Qualität bei 700°C Substrattemperatur und bei einem I/A-Verhältnis von 1,9 erzielt wurde. Entscheidend ist, dass das 7×7 -rekonstruierte Si(111)-Substrat vor der Deposition mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bei 700°C Substrattemperatur mit Stickstoffionen bestrahlt wurde. Eine der Deposition vorangegangene Oberflächenstrukturierung der Si(111)-Oberflächen konnte deren Benetzbarkeit erhöhen und führte zu dichteren und kompakteren GaN-Schichten.

GaN auf Si(100): Die mittels IBA-MBE auf 2×1 -rekonstruierten und ionenbestrahlten Si(100)-Substraten deponierten GaN-Schichten waren vorwiegend kubisch (200)-orientiert, wobei es sich für die Qualität der GaN-Schichten als vorteilhaft erwies, das rekonstruierte Si(100)-Substrat mit einer Fluenz von $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} mit Stickstoffionen zu bestrahlen und bei der Deposition ein I/A-Verhältnis von 1,9 und eine Substrattemperatur von 700°C auszuwählen. Eine vergleichsweise hohe kristalline Qualität wurde ebenfalls erzielt, wenn die GaN-Schichten direkt auf das Si(100)-Substrat ohne vorangegangene Ionenbestrahlung deponiert wurden.

4 Hyperthermische Ionenbestrahlung von GaN-Oberflächen

Die Wechselwirkungsprozesse zwischen energetischen Ionen und dem Festkörper, insbesondere der Festkörperoberfläche, sind für den hyperthermischen Energiebereich beschleunigter Ionen (< 50 eV) nur wenig untersucht. Ein wichtiger Aspekt ist die Evolution der Topografie bei einer derartigen Bestrahlung mit hohen Fluenzen und bei verschiedenen Substrattemperaturen, vor allem bei erhöhten Temperaturen. Chowdhury et al. [134] haben zum Beispiel die Ausbildung von Germaniumnanostrukturen nach der Bestrahlung von Germaniumoberflächen mit 30 eV Argonionen ausschließlich oberhalb einer bestimmten Substrattemperatur beobachtet.

In der Literatur lässt sich eine begrenzte Anzahl von Studien über Wechselwirkungsprozesse von niederenergetischen Ionen (bis einige keV kinetische Energie) und GaN finden [48, 50, 135–155], wobei die meisten Untersuchungen mit Argonionen durchgeführt wurden [135–149] und nur sehr wenige Untersuchungen mit Stickstoffionen [146–153]. Zudem sind viele dieser Arbeiten theoretischer Natur (Molekulardynamik-Simulationen), um zum Beispiel Schwellenenergien für durch Ionen induzierte Oberflächenverlagerungen von Gallium- und Stickstoffatomen [48, 50] als auch für Zerstäubungsprozesse [135, 136, 141] zu ermitteln. Hierbei ist zu bemerken, dass in der Literatur keine experimentellen Arbeiten zur Bestrahlung von GaN-Oberflächen mit Stickstoffionen im hyperthermischen Energiebereich (< 50 eV) existieren und bis jetzt nur sehr wenige Zerstäubungsexperimente bei erhöhten Proben Temperaturen durchgeführt wurden. Daher befasst sich dieses Kapitel der

vorliegenden Arbeit mit der Untersuchung der Topografieveränderungen von w-GaN-Schichten nach einer Bestrahlung mit hyperthermischen Stickstoffionen ($E_{kin} \leq 25$ eV) bei hohen Fluenzen und erhöhten Probertemperaturen. Die w-GaN-Schichten wurden mittels IBA-MBE auf 6H-SiC(0001)-Substrate deponiert, damit sie eine hohe kristalline Qualität und eine geringe Oberflächenrauheit für die Ionenbestrahlungsexperimente besaßen [10–12, 43, 156, 157]. Die hyperthermische Ionenbestrahlung fand direkt nach dem Schichtwachstum, ohne Unterbrechung der UHV-Bedingungen, statt, um eine Kontamination der GaN-Oberflächen zu vermeiden.

In den nachfolgenden Abschnitten wird näher erläutert, wie sich eine Ionenbestrahlung bei hohen Fluenzen von GaN-Oberflächen mit hyperthermischen Stickstoffionen bei verschiedenen, vor allem erhöhten Probertemperaturen, auf die kristalline Oberflächenstruktur, Topografie und Oberflächenzusammensetzung auswirkt [158].

4.1 Herstellung der GaN-Schichten

Die für die Ionenbestrahlung verwendeten GaN-Schichten wurden mittels IBA-MBE auf superpolierte 6H-SiC(0001)-Substrate deponiert (siehe Kapitel 2, Abschnitt 2.5). Ein Probensatz wurde bei einem I/A-Verhältnis von 1,8 (Galliumfluss: $8,5 \times 10^{13}$ Atome $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$) mit einer Schichtdicke von ca. 70 nm hergestellt. Die Oberflächenrauheit dieser GaN-Schichten lag bei 0,6–0,9 nm.

Um den Umfang der Bestrahlungsexperimente zu erweitern, wurde ein weiterer Probensatz bei einem I/A-Verhältnis von 2,3 mit einer Schichtdicke von ca. 50 nm deponiert. Diese GaN-Schichten besaßen eine Ausgangsrauigkeit von 0,5 nm. Auf diese Weise konnten die Auswirkungen der Ionenbestrahlung von glatteren GaN-Oberflächen mit weniger Oberflächenartefakten betrachtet werden.

4.2 Ionenbestrahlungsexperimente

Die Bestrahlungsexperimente der GaN-Schichten mit hyperthermischen Stickstoffionen wurden unmittelbar nach dem Schichtwachstum, ohne die UHV-Bedingungen zu

Tab. 4.1: Ionenbestrahlungsparameter der GaN-Schichten, die bei einem I/A-Verhältnis von 1,8 hergestellt wurden.

| Probentyp | Fluenz [10^{18} Ionen cm^{-2}] | Bestrahlungsdauer [min] | Probentemperatur [°C] |
|------------|--|----------------------------|--------------------------|
| <i>Ref</i> | 0 | 0 | - |
| <i>A</i> | 1,2 | 120 | 700 |
| <i>B</i> | 3,5 | 360 | 700 |
| <i>C</i> | 1,2 | 120 | 600 |
| <i>D</i> | 1,2 | 120 | RT |
| <i>T</i> | 0 | 0 | 700 (für 300 min) |

unterbrechen, durchgeführt. Dabei wurden für die Ionenbestrahlung die gleichen Parameter wie beim Schichtwachstum eingesetzt (Stickstoffionenfluss: $1,6 \times 10^{14}$ Ionen $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$, Ionenenergie: ≤ 25 eV), aber der Galliumatomfluss wurde unterbrochen. In Tab. 4.1 sind die Bestrahlungsparameter für die unterschiedlichen Probentypen, welche bei einem I/A-Verhältnis von 1,8 hergestellt wurden, zusammengestellt.

Als Referenz wurde eine GaN-Schicht ohne anschließende Ionenbestrahlung einbezogen, welche mit *Ref* bezeichnet wird. Eine weitere GaN-Schicht (Probentyp *A*) wurde mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bestrahlt (Bestrahlungsdauer: 120 min). Dies entspricht der Fluenz eines typischen GaN-Schichtdepositionsprozesses. Die GaN-Schicht des Probentyps *B* wurde mit einer höheren Fluenz bestrahlt, jedoch bei gleicher Probentemperatur wie Probentyp *A*. Die Probentemperatur während der Bestrahlung der Probentypen *A* und *B* betrug 700 °C und ist identisch zur Depositionstemperatur der Schichten. Weiterhin wurde die Bestrahlung bei niedrigeren Probentemperaturen untersucht (Probentyp *C* (600 °C) und *D* (RT)). Zum Vergleich wurde der Probentyp *T* nicht mit Stickstoffionen bestrahlt, dafür aber für die Dauer eines typischen Bestrahlungsexperimentes bei der ausgewählten Probentemperatur von 700 °C belassen.

Die Ionenbestrahlungsexperimente der bei einem I/A-Verhältnis von 2,3 deponierten GaN-Schichten wurden ebenfalls direkt nach der Schichtabscheidung, ohne die UHV-Bedingungen zu unterbrechen, durchgeführt. Es handelt sich um Ionenbestrahlungen bei verschiedenen Probentemperaturen, jedoch bei gleichen Fluenzen.

4.3 Hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung von GaN-Schichten

Tab. 4.2: Ionenbestrahlungsparameter der bei einem I/A-Verhältnis von 2,3 deponierten GaN-Schichten.

| Probentyp | Fluenz [10^{18} Ionen cm^{-2}] | Bestrahlungsdauer [min] | Probentemperatur [°C] |
|-----------|--|----------------------------|--------------------------|
| <i>E</i> | 1,2 | 120 | 500 |
| <i>F</i> | 1,2 | 120 | 400 |
| <i>G</i> | 1,2 | 120 | 300 |
| <i>H</i> | 5,9 | 600 | 700 |

Um den Temperaturbereich zwischen 600 °C und Raumtemperatur zu erweitern, wurden die Probentypen *E*, *F* und *G* bei 500 °C, 400 °C und 300 °C Substrattemperatur bestrahlt, wobei die Fluenz mit $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} konstant gehalten wurde. Zusätzlich wurde eine GaN-Schicht bei der zuvor verwendeten Probentemperatur von 700 °C mit vierfach höherer Fluenz ($5,9 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) bestrahlt (Probentyp *H*). Tabelle 4.2 führt die wesentlichen Parameter dieser Bestrahlungsexperimente auf.

4.3 Hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung von GaN-Schichten

Die Diskussion über den Einfluss der hyperthermischen Ionenbestrahlung von GaN-Oberflächen wird zunächst separat für die bei einem I/A-Verhältnis von 1,8 (Abschnitt 4.3.1) und 2,3 (Abschnitt 4.3.2) deponierten GaN-Schichten betrachtet. Anschließend erfolgt ein Vergleich der Ergebnisse (Abschnitt 4.3.3) und eine abschließende Diskussion (Abschnitt 4.4).

4.3.1 Bestrahlung der bei einem I/A-Verhältnis von 1,8 hergestellten GaN-Schichten

Abbildung 4.1 zeigt die RHEED-Beugungsbilder der GaN-Schichten nach der jeweiligen Behandlung (siehe Tab. 4.1). Die Reflexe im RHEED-Bild der unbehandelten Referenzschicht (Probentyp *Ref*) sind strichförmig. Dies entspricht einer flachen Oberfläche mit zweidimensionalen Wachstumsstrukturen und einer geringen Rau-

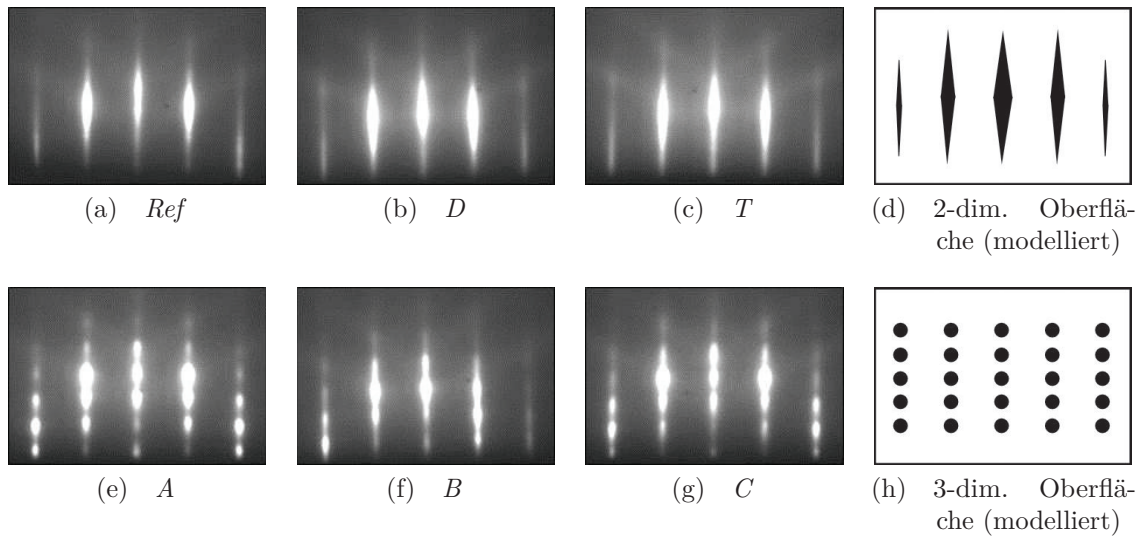


Abb. 4.1: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur $[11\bar{2}0]$ -Richtung der w-GaN-Phase) der GaN-Schichten, die bei einem I/A-Verhältnis von 1,8 deponiert wurden, nach der jeweiligen Behandlung, sowie die zugehörigen modellierten RHEED-Bilder. Probentyp *Ref* wurde nicht bestrahlt, Probentyp *D* wurde mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bei RT bestrahlt, Probentyp *T* erfuhr eine Temperaturbehandlung für 300 min bei 700 °C, Probentyp *A* wurde mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bei 700 °C, Probentyp *B* mit einer Fluenz von $3,5 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bei 700 °C und Probentyp *C* mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bei 600 °C bestrahlt.

heit. Ähnliche Beugungsbilder wurden von allen anderen GaN-Schichten vor der Stickstoffionenbestrahlung bzw. vor der Temperaturbehandlung erhalten. Die Reflexe in den RHEED-Bildern der mit Stickstoffionen bestrahlten GaN-Schichten bei erhöhten Substrattemperaturen (Probentypen *A*, *B* und *C*) gingen während der Bestrahlungsexperimente allmählich von Strichen in Punkte über. Die Anordnung der punktförmigen Reflexe ist typisch für hexagonales GaN bei der gewählten Einfallsrichtung des Elektronenstrahls. Die punktförmigen Reflexe repräsentieren die Anwesenheit von dreidimensionalen Strukturen an der Schichtoberfläche, welche offensichtlich während der Bestrahlung der GaN-Schichten mit hyperthermischen Stickstoffionen entstanden sind. Aufgrund der mit RHEED nachgewiesenen Kristallinität dieser Oberflächenstrukturen kann eine Amorphisierung der Oberfläche durch die Ionenbestrahlung ausgeschlossen werden. Im Gegensatz dazu war keine wesentliche Änderung des RHEED-Beugungsbildes und damit der kristallinen Oberflächenstruktur bei der GaN-Schicht, die bei RT bestrahlt wurde (Probentyp *D*) erkennbar. Ebenso blieben die Reflexe der GaN-Schicht bei der Temperaturbehandlung ohne Ionenbestrahlung

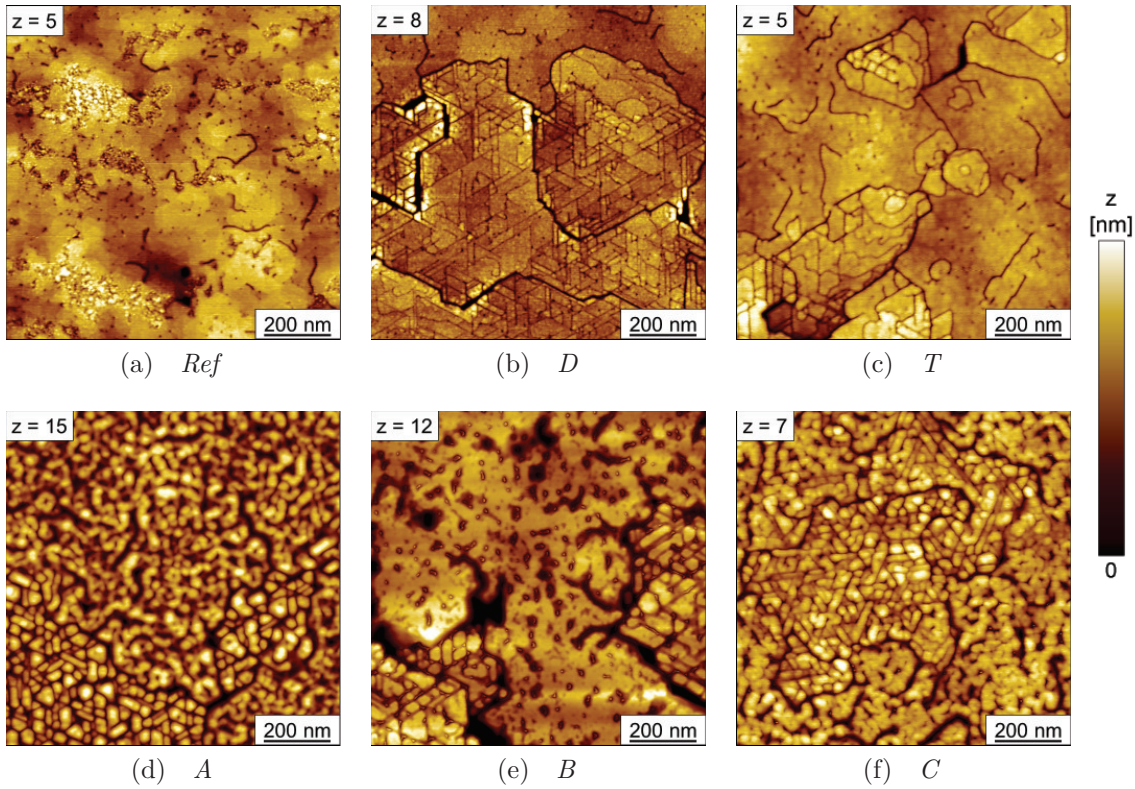


Abb. 4.2: Topografieaufnahmen ($1 \times 1 \mu\text{m}^2$) gemessen mit AFM für die verschiedenen GaN-Schichten, die bei einem I/A-Verhältnis von 1,8 hergestellt wurden, nach der jeweiligen Behandlung. Dabei wurde Probenotyp *Ref* nicht bestrahlt, Probenotyp *D* wurde bei RT mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18} \text{ Ionen cm}^{-2}$ bestrahlt, Probenotyp *T* erfuhr eine Temperaturbehandlung für 300 min bei 700°C , Probenotyp *A* wurde bei 700°C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18} \text{ Ionen cm}^{-2}$, Probenotyp *B* bei 700°C mit einer Fluenz von $3,5 \times 10^{18} \text{ Ionen cm}^{-2}$ und Probenotyp *C* bei 600°C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18} \text{ Ionen cm}^{-2}$ bestrahlt.

(Probenotyp *T*) strichförmig. Dies deutet darauf hin, dass eine thermische Zersetzung mit einer entsprechenden Oberflächenveränderung der GaN-Schichten bei der ausgewählten Temperatur von 700°C vernachlässigt werden kann. Es ist bekannt, dass die GaN-Zersetzung im Vakuum bei Temperaturen oberhalb von 710°C bis 750°C [19, 20] beginnt und zu einer erheblichen Oberflächenaufräumung führt, indem Stickstoff aus der GaN-Schicht diffundiert.

Da die RHEED-Beugungsbilder nur indirekte und qualitative Informationen über die zu untersuchenden Oberflächen liefern, wurden ergänzend AFM-Messungen durchgeführt, um die Topografie der bestrahlten und temperaturbehandelten Schichten direkt und quantitativ zu charakterisieren. Die zugehörigen AFM-Topografieaufnahmen sind in Abb. 4.2 dargestellt. Die Referenz-GaN-Schicht (Probenotyp *Ref*) ist durch eine flache Topografie mit wachstumsbedingten kleinen Löchern und Gräben und

Tab. 4.3: Topografiemerkmale ermittelt mit AFM der bei einem I/A-Verhältnis von 1,8 deponierten und unterschiedlich behandelten GaN-Schichten.

| Proben- typ | Löcher | | Gräben | | RMS-Rauheit [nm] |
|------------------|------------------------|-------------------------|------------------------|-------------------------|---------------------|
| | mittlere Tiefe [nm] | mittlere Breite [nm] | mittlere Tiefe [nm] | mittlere Breite [nm] | |
| <i>Ref, D, T</i> | 0,6 | 14 | 0,9 | 16 | 0,6 |
| <i>A, C</i> | 1,5 | 33 | 3,2 | 35 | 0,9 |
| <i>B</i> | 3,3 | 33 | 5,1 | 37 | 1,3 |

einer geringen Rauheit der Oberfläche (RMS-Rauheit: 0,6 nm) charakterisiert. Dies stimmt mit den zuvor getroffenen Aussagen des zugehörigen RHEED-Beugungsbildes (siehe Abb. 4.1a) überein. Die GaN-Schichten, die bei erhöhten Temperaturen mit Stickstoffionen bestrahlt wurden (Probentypen *A*, *B* und *C*), weisen eine hohe Dichte an Vertiefungen in Form von größeren Löchern und Gräben und eine erhöhte Oberflächenrauheit im Bereich von 1,0 nm bis 2,4 nm auf. Dabei ist die GaN-Schicht, welche mit der höchsten Fluenz bestrahlt wurde (Probentyp *B*), durch die größte Oberflächenrauheit (2,4 nm) und die breitesten/tiefsten Löcher und Gräben charakterisiert. Die Werte für die Löcher und Gräben auf den GaN-Oberflächen nach der jeweiligen Bestrahlung bzw. Temperaturbehandlung sind in Tab. 4.3 zusammengefasst. Es scheint, dass die aufprallenden Ionen besonders an Orten auf der Oberfläche an denen die Oberflächenbindungsenergie geringer ist, wie in kleinen Löchern und Gräben, auf die geheizte GaN-Schicht einwirken. Im Gegensatz dazu weisen die bei RT bestrahlte Oberfläche (Probentyp *D*) und die für mehrere Stunden temperaturbehandelte GaN-Schicht (Probentyp *T*) keine erhöhte Rauheit und keine signifikanten Topografieänderungen im Vergleich zur Referenzprobe (Probentyp *Ref*) auf. Die ermittelten RMS-Rauheitswerte sind in Tab. 4.3 zusammengefasst. An dieser Stelle ist zu bemerken, dass Cui et al. [148] ähnliche Merkmale in der Oberflächentopografie von GaN-Schichten nach der Bestrahlung mit 300 eV Argon- und Stickstoffionen unter streifendem Einfall beobachtet haben.

Durch die Modellierung der zugehörigen XRR-Messungen (Abb. 4.3), war es möglich, die Rauheit, Massendichte und Schichtdicke der Probentypen zu bestimmen,

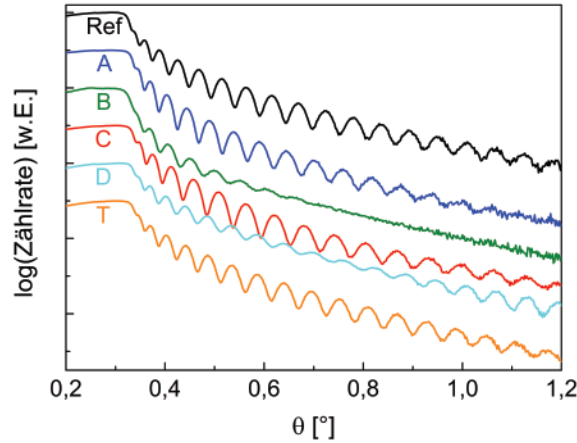


Abb. 4.3: XRR-Messungen der Probentypen *Ref* (keine Ionenbestrahlung), *A* (Bestrahlung bei 700 °C, Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}), *B* (Bestrahlung bei 700 °C, Fluenz: $3,5 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}), *C* (Bestrahlung bei 600 °C, Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}), *D* (Bestrahlung bei RT, Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) und *T* (Temperaturbehandlung für 300 min bei 700 °C). Die gemessenen Kurven wurden im gleichen Abstand zueinander entlang der y-Achse verschoben.

wobei die modellierte Massendichte für alle GaN-Schichten $5,3 \text{ g cm}^{-3}$ betrug. Für die bei erhöhten Temperaturen bestrahlten GaN-Schichten (Probentypen *A*, *B* und *C*) war die XRR-Rauheit stark erhöht. Die Rauheit der mit der höchsten Fluenz bestrahlten GaN-Schicht (Probentyp *B*) war so groß, dass die Oszillationen in der XRR-Kurve nur in einem schmalen Winkelbereich erschienen und der Wert für die Rauheit mit $> 3,4 \text{ nm}$ abgeschätzt werden konnte. Für die bei RT bestrahlte GaN-Schicht (Probentyp *D*) und die für 300 min bei einer Temperatur von 700 °C gehaltenen GaN-Schicht (Probentyp *T*) liegen die Rauheitswerte im selben Bereich wie für die Referenzschicht und sind somit insgesamt niedrig. Die Ergebnisse der

Tab. 4.4: Rauheitswerte ermittelt durch AFM-Messungen (RMS-Rauheit) und durch Modellierung der XRR-Messungen für die jeweiligen Probentypen.

| Proben- typ | Fluenz [10^{18} Ionen cm^{-2}] | Probentemperatur [°C] | Rauheit [nm] | |
|----------------|--|--------------------------|--------------|---------|
| | | | AFM | XRR |
| <i>Ref</i> | 0 | - | 0,6 | 0,9 |
| <i>A</i> | 1,2 | 700 | 1,5 | 1,9 |
| <i>B</i> | 3,5 | 700 | 2,4 | $> 3,4$ |
| <i>C</i> | 1,2 | 600 | 1,0 | 1,5 |
| <i>D</i> | 1,2 | RT | 0,7 | 0,6 |
| <i>T</i> | 0 | 700 (für 300 min) | 0,5 | 1,0 |

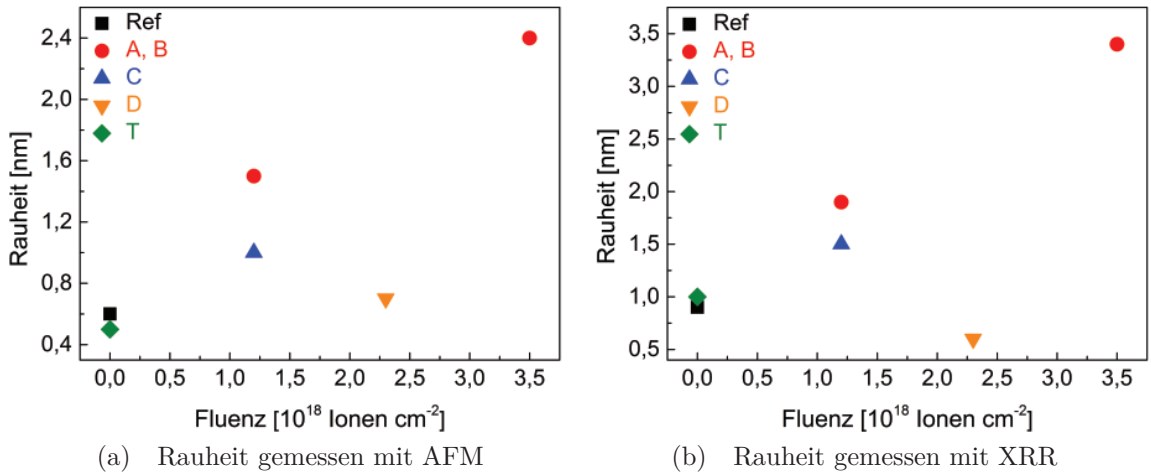


Abb. 4.4: Rauheitswerte ermittelt aus AFM- und XRR-Messungen in Abhängigkeit von der Fluenz. Die verwendeten Substrattemperaturen werden durch verschiedene Farben repräsentiert, wobei rot 700 °C, blau 600 °C und orange RT entspricht. Die Referenzprobe und die temperaturbehandelte GaN-Schicht sind schwarz bzw. grün dargestellt.

XRR-Messungen (Tab. 4.4) sind qualitativ betrachtet in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der RHEED- und AFM-Messungen. Jedoch wird ersichtlich, dass die Rauheiten der AFM-Messungen systematisch kleiner sind, als die Rauheiten der XRR-Messungen. Der Grund für diese Abweichung ist, dass mit der XRR-Methode eine um sechs Größenordnungen größere Fläche, verglichen mit dem kleinen Rasterfeld in den AFM-Messungen ($1 \times 1 \mu\text{m}^2$), gemessen wurde. Die sehr lokalen AFM-Messungen waren nicht sensitiv für Beiträge zur Rauheit von großer lateraler Wellenlänge. Außerdem wurde mit XRR die Rauheit indirekt bestimmt, während mit AFM eine direkte Bestimmung erfolgte. Abbildung 4.4 zeigt einen Vergleich der Oberflächenrauheiten, welche mit beiden Messmethoden ermittelt wurden. Es wird deutlich, dass die XRR-Rauheiten systematisch höher sind, jedoch weisen beide Methoden die gleiche Tendenz für die ausgewählten Fluenzen und Temperaturen auf: Die Rauheit steigt sowohl mit Erhöhung der Fluenz als auch mit Erhöhung der Proben temperatur.

Mittels XPS-Messungen wurde überprüft, ob die chemische Zusammensetzung an der Oberfläche maßgeblich durch die Ionenbestrahlung beeinflusst wurde. Die GaN-Oberflächen hatten vor dem Transfer in das XPS-System bereits Kontakt zu Luft, wodurch deren Oberflächen unterschiedlich stark mit Kontaminationen be-

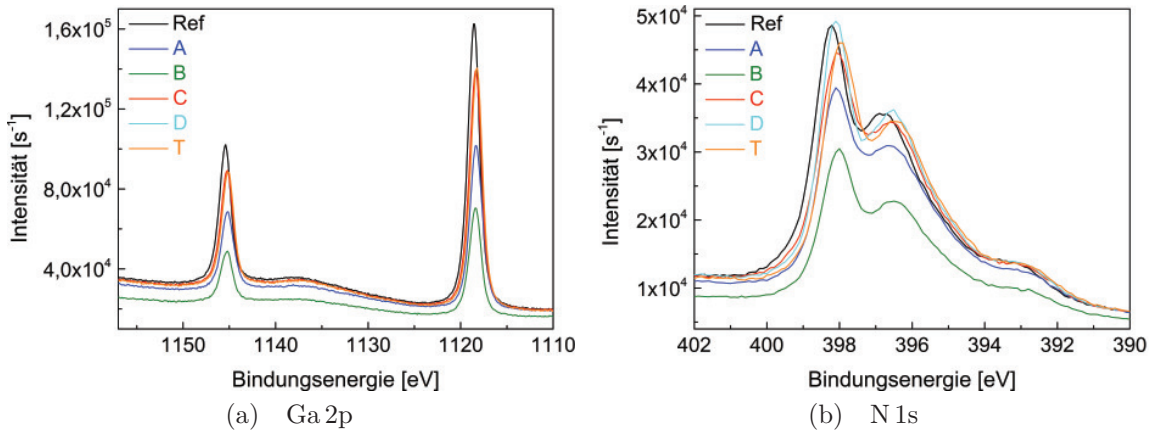


Abb. 4.5: Hochaufgelöste *ex situ* XPS-Spektren der Ga 2p- und N 1s-Peaks der verschiedenen Probenotypen, die bei einem I/A-Verhältnis von 1,8 deponiert wurden (Probenotyp *Ref*: keine Ionenbestrahlung, Probenotyp *A*: Bestrahlung bei 700 °C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , Probenotyp *B*: Bestrahlung bei 700 °C mit einer Fluenz von $3,5 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , Probenotyp *C*: Bestrahlung bei 600 °C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , Probenotyp *D*: Bestrahlung bei RT mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , Probenotyp *T*: Temperaturbehandlung für 300 min bei 700 °C). Die Unterschiede in den Intensitäten treten aufgrund des unterschiedlich starken Belegungsgrades der Probenoberflächen mit Kontaminationen aus der Luft auf.

legt waren und somit Intensitätsunterschiede in den hochaufgelösten Spektren der Ga 2p und N 1s Peaks (siehe Abb. 4.5) resultieren. Die Auswertung dieser Peaks ergab, unter Verwendung von tabellierten Sensitivitätsfaktoren, ein relatives N/Ga-Oberflächenkonzentrationsverhältnis von $1,0 \pm 0,1$ für alle Probenotypen. Demzufolge kann die Ausbildung einer nicht-stöchiometrischen Oberfläche oder einer Kontaminationsschicht von signifikanter Dicke durch die beschriebenen Probenbehandlungen ausgeschlossen werden. Die Ergebnisse stimmen mit denen von Lai et al. [149], welche ebenfalls mit XPS zeigten, dass die Stöchiometrie an der Oberfläche bei einer Bestrahlung von GaN mit 1 keV N_2^+ -Ionen erhalten bleibt, überein. Offenbar können Stickstoffatome, welche möglicherweise aus der GaN-Oberfläche durch die Ionenbestrahlung zerstäubt werden, permanent durch die ankommenden Stickstoffionen ersetzt werden [11, 149]. Dagegen ist bei einer Bestrahlung mit Argonionen eine solche Erhaltung der stöchiometrischen Oberflächenzusammensetzung nicht gegeben. Es wurde mehrfach berichtet, dass hier präferentiell Stickstoffatome zerstäubt werden, wodurch das N/Ga-Oberflächenkonzentrationsverhältnisses spürbar abnahm [135, 136, 138, 139, 143–146, 149, 150].

Zusammenfassung: Die Ergebnisse haben gezeigt, dass die Bestrahlung von GaN-Oberflächen mit hyperthermischen Stickstoffionen bei erhöhten Temperaturen Auswirkungen auf die Topografie in Form einer erhöhten Oberflächenrauheit hat. Eine hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung bei RT resultierte in keinen nachweisbaren Auswirkungen. Eine thermische Zersetzung während der Bestrahlung konnte ausgeschlossen werden. Es wurde nachgewiesen, dass die Oberflächenstöchiometrie nach der Stickstoffionenbestrahlung erhalten blieb.

4.3.2 Bestrahlung der bei einem I/A-Verhältnis von 2,3 hergestellten GaN-Schichten

Abbildung 4.6 zeigt die jeweils nach der Behandlung aufgenommenen RHEED-Beugungsbilder der mit hyperthermischen Stickstoffionen bestrahlten GaN-Oberflächen (Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) bei 500 °C (Probentyp *E*), 400 °C (Probentyp *F*) und 300 °C (Probentyp *G*) Substrattemperatur, sowie das Beugungsbild der mit einer Fluenz von $5,9 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bei 700 °C bestrahlten GaN-Oberfläche (Probentyp *H*). Vor der Bestrahlung waren die Beugungsreflexe bei allen Probentypen strichförmig, sodass die Ausgangsoberflächen eine geringe Rauheit mit zweidimensionalen Wachstumsstrukturen aufwiesen. Nach der Ionenbestrahlung bei erhöhten Substrattemperaturen von 500 °C, 400 °C und 300 °C (Probentypen *E*, *F* und *G*) sind Ansätze von punktförmigen Reflexen zu finden. Dies deutet auf das Vorhandensein

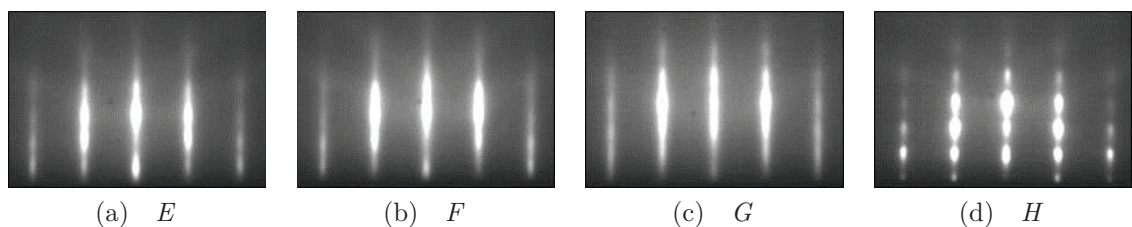


Abb. 4.6: 30 keV RHEED-Beugungsbilder (Elektronenstrahl parallel zur $[11\bar{2}0]$ -Richtung der hexagonalen GaN-Phase) der bei einem I/A-Verhältnis von 2,3 deponierten GaN-Schichten nach der jeweiligen Behandlung. Probentyp *E* wurde bei 500 °C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bestrahlt, Probentyp *F* bei 400 °C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , Probentyp *G* bei 300 °C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} und Probentyp *H* bei 700 °C mit einer Fluenz von $5,9 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} .

von dreidimensionalen Strukturen auf der Oberfläche und somit auf eine Aufräuhung hin. Dabei wird der Effekt mit abnehmender Substrattemperatur schwächer, sodass bei einer Temperatur von 300 °C (Probentyp *G*) nur ansatzweise punktförmige Reflexe vorhanden sind. Bei Probentyp *H*, welcher bei 700 °C mit einer Fluenz von $5,9 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bestrahlt wurde, sind ausschließlich punktförmige Reflexe und keine strichförmigen Reflexe zu erkennen, sodass eine hohe Rauheit der Oberfläche und die Anwesenheit von dreidimensionalen Strukturen gefolgert werden kann.

Die AFM-Topografieaufnahmen (Abb. 4.7), zeigen für die bei 500 °C, 400 °C und 300 °C bestrahlten GaN-Schichten (Probentypen *E*, *F* und *G*) eine flache Oberfläche mit einer RMS-Rauheit im Bereich von 0,4 - 0,6 nm (siehe Tab. 4.5). Die Oberflächen dieser GaN-Schichten sind weiterhin durch die Anwesenheit von zweidimensionalen

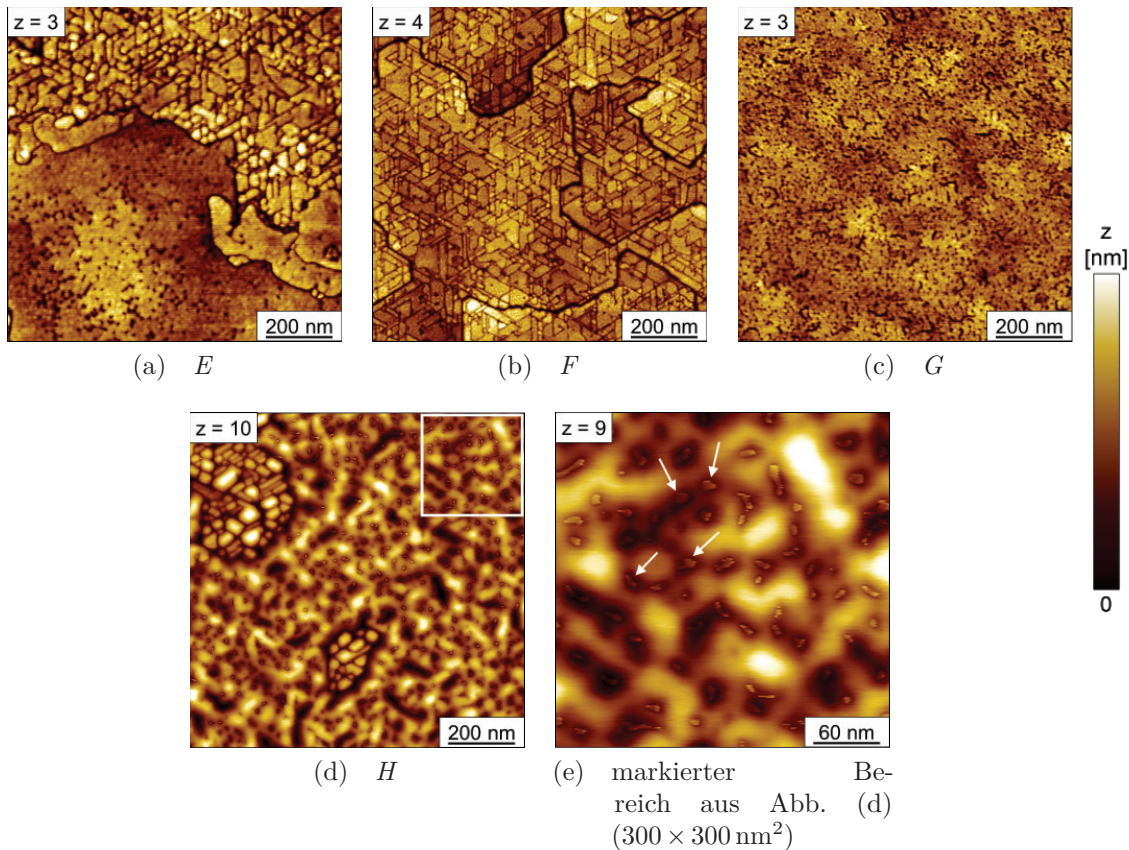


Abb. 4.7: Topografieaufnahmen ($1 \times 1 \mu\text{m}^2$) gemessen mit AFM für die unterschiedlich behandelten GaN-Schichten, die bei einem I/A-Verhältnis von 2,3 deponiert wurden (Probentyp *E*: Bestrahlung bei 500 °C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , Probentyp *F*: Bestrahlung bei 400 °C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , Probentyp *G*: Bestrahlung bei 300 °C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , Probentyp *H*: Bestrahlung bei 700 °C mit einer Fluenz von $5,9 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}).

Tab. 4.5: Rauheitswerte ermittelt durch AFM-Messungen (RMS-Rauheit) und durch Modellierung der XRR-Messungen für die jeweiligen Probentypen.

| Proben- typ | Fluenz [10^{18} Ionen cm^{-2}] | Probentemperatur [°C] | Rauheit [nm] AFM XRR | |
|----------------|--|--------------------------|----------------------------|-----|
| <i>E</i> | 1,2 | 500 | 0,5 | 0,5 |
| <i>F</i> | 1,2 | 400 | 0,6 | 1,0 |
| <i>G</i> | 1,2 | 300 | 0,4 | 0,5 |
| <i>H</i> | 5,9 | 700 | 2,0 | 3,0 |

Wachstumsstrukturen geprägt und weisen wachstumsbedingte kleine Löcher und Gräben auf. Die Löcher sind im Mittel ca. 1,0 nm bis 1,3 nm tief und 15 nm bis 20 nm breit, wogegen die Gräben 1,2 nm bis 1,7 nm tief und 16 nm bis 23 nm breit sind. Der Probentyp *E* besitzt hierbei die flachsten Löcher und Gräben. Da dies die GaN-Schicht ist, welche bei der höchsten hier verwendeten Probentemperatur von 500 °C bestrahlt wurde, und die Rauheiten aller drei Probentypen fast identisch sind, kann davon ausgegangen werden, dass keine signifikante Aufrauung durch die hyperthermische Ionenbestrahlung im Temperaturbereich von 300 °C bis 500 °C aufgetreten ist. Bei Probentyp *H*, welche mit einer Fluenz von $5,9 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bei 700 °C mit Stickstoffionen bestrahlt wurde, ist dagegen die Rauheit mit 2,0 nm vergleichsweise stark erhöht (Ausgangsrauigkeit: 0,5 nm) und es befinden sich tiefere Löcher (mittlere Tiefe: 3,8 nm, mittlere Breite: 38 nm) und Gräben (mittlere Tiefe: 6,2 nm, mittlere Breite: 48 nm) an der Oberfläche. Weiterhin ist in den Vertiefungen der Oberfläche Material von ca. 1 nm Höhe und 10 nm Breite zu finden (siehe Abb. 4.7e, durch Pfeile angedeutet). Möglicherweise hat hier eine Umlagerung von Material an der Oberfläche stattgefunden, wobei sich ein Teil des umgelagerten Materials in den Vertiefungen angesammelt hat. Weiterhin wird bei genauerer Betrachtung sichtbar, dass einige der Löcher die Form eines Hexagons aufweisen.

Die Rauheit der Probentypen auf einer größeren lateralen Skala wurde aus XRR-Messungen ermittelt (Abb. 4.8). Die modellierte Massendichte betrug $5,3 \text{ g cm}^{-3}$ und es wurden Rauheitswerte von 0,5 nm bis 3,0 nm erhalten (siehe Tab. 4.5). Die bei Substrattemperaturen von 500 °C, 400 °C und 300 °C bestrahlten GaN-Schichten

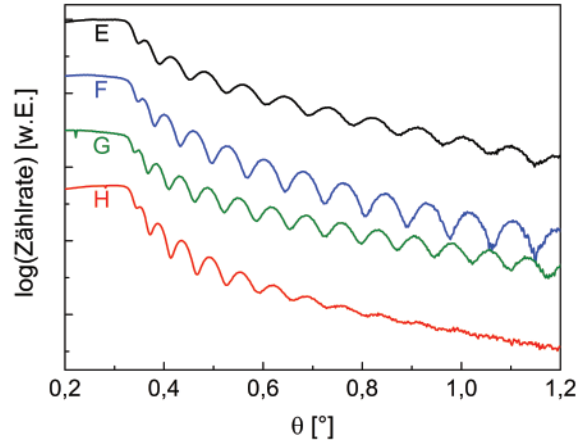


Abb. 4.8: XRR-Messungen für die Proben E (Bestrahlung bei 500 °C, Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}), F (Bestrahlung bei 400 °C, Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}), G (Bestrahlung bei 300 °C, Fluenz: $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) und H (Bestrahlung bei 700 °C, Fluenz: $5,9 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}). Die gemessenen Kurven wurden im gleichen Abstand zueinander entlang der y-Achse verschoben.

(Proben E, F und G) besitzen niedrige Rauheiten, wobei die bei 500 °C und 300 °C bestrahlten Proben (E und G) mit 0,5 nm die niedrigste Rauheit aufweisen. Probentyp F, welcher bei 400 °C mit Stickstoffionen bestrahlt wurde, besitzt mit 1,0 nm eine doppelt so hohe Rauheit, wobei hier von einer wachstumsbedingten höheren Rauheit ausgegangen werden kann. Dahingegen erscheinen bei Probentyp H die Oszillationen in der XRR-Messung nur in einem kleineren Winkelbereich (ähnlich wie bei Probentyp B) verbunden mit einem stärkeren Abfall der Messkurve. Dadurch ergibt sich ein vergleichsweise hoher Wert für die Rauheit mit 3,0 nm.

Die Auswertung der hochaufgelösten XPS-Messungen der GaN-Schichten erfolgte auf die gleiche Weise, wie die der bei einem I/A-Verhältnis von 1,8 deponierten GaN-Schichten. Abbildung 4.9 zeigt die hochaufgelösten Spektren der Ga 2p- und N 1s-Peaks, wobei Intensitätsunterschiede aufgrund unterschiedlich starker Belegungen der Oberflächen mit Kontaminationen aus der Luft zu sehen sind. Es ergab sich für alle vier Proben auch hier ein relatives N/Ga-Oberflächenkonzentrationsverhältnis von $1,0 \pm 0,1$, sodass die Ausbildung einer nicht-stöchiometrischen Oberfläche oder Kontaminationsschicht durch die Ionenbestrahlung ausgeschlossen werden kann. Somit hat die Ionenbestrahlung mit der höchsten verwendeten Fluenz von $5,9 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} (Probentyp H) keinen signifikanten Einfluss auf die Zusammensetzung

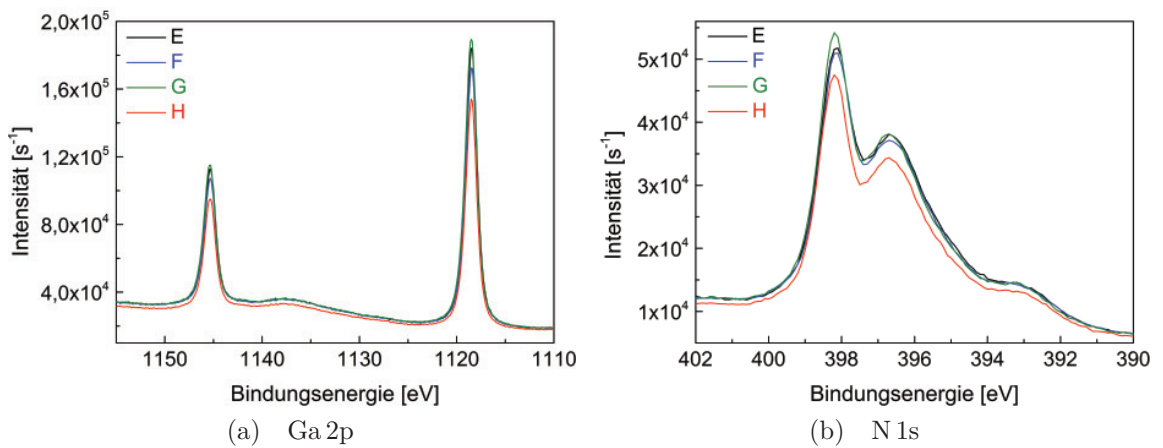


Abb. 4.9: Hochaufgelöste *ex situ* XPS-Spektren der Ga 2p- und N 1s-Peaks der unterschiedlich behandelten GaN-Schichten, die bei einem I/A-Verhältnis von 2,3 deponiert wurden (Probentyp *E*: Bestrahlung bei 500 °C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm⁻², Probentyp *F*: Bestrahlung bei 400 °C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm⁻², Probentyp *G*: Bestrahlung bei 300 °C mit einer Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm⁻², Probentyp *H*: Bestrahlung bei 700 °C mit einer Fluenz von $5,9 \times 10^{18}$ Ionen cm⁻²). Die Unterschiede in den Intensitäten treten aufgrund des unterschiedlich starken Belegungsgrades der Probenoberflächen mit Kontaminationen auf.

der Oberfläche.

Zusammenfassung: Eine hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung hat keine signifikanten Topografieänderungen bei Probentemperaturen bis einschließlich 500 °C hervorgerufen. Weiterhin konnte eine signifikante Aufräumung der Oberfläche bei einer Bestrahlung mit einer Fluenz von $5,9 \times 10^{18}$ Ionen cm⁻² bei 700 °C beobachtet werden. Eine Änderung der Oberflächenzusammensetzung nach der Ionenbestrahlung konnte nicht festgestellt werden.

4.3.3 Vergleich der Ergebnisse

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der hyperthermischen Bestrahlungsexperimente an den GaN-Schichten, die bei unterschiedlichen I/A-Verhältnissen hergestellt wurden, vergleichend diskutiert. Ein direkter quantitativer Vergleich ist aufgrund der unterschiedlichen, wachstumsbedingten Oberflächenrauheiten nicht möglich, weil die mit einem I/A-Verhältnis von 2,3 deponierten GaN-Schichten eine durch das Wachstum bedingte glattere Oberfläche und somit eine geringere Rauheit aufweisen.

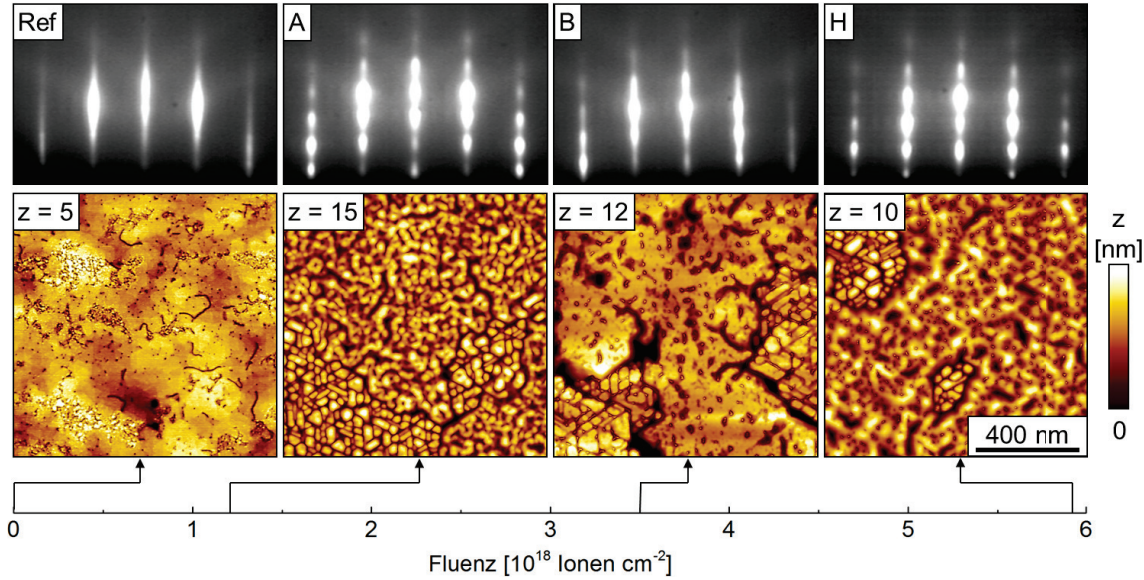


Abb. 4.10: 30 keV RHEED-Beugungsbilder und Topografieaufnahmen ($1 \times 1 \mu\text{m}^2$), gemessen mit AFM, für die unterschiedlich behandelten GaN-Schichten als Funktion der Fluenz. Die Substrattemperatur betrug bei allen Probenotypen 700°C .

Abbildung 4.10 zeigt die RHEED-Beugungsbilder und Topografieaufnahmen der GaN-Oberflächen in Abhängigkeit von der Fluenz nach einer Ionenbestrahlung mit einer Substrattemperatur von 700°C . Die Reflexe in den RHEED-Bildern sind für Fluenzen $\geq 1,2 \times 10^{18} \text{ Ionen cm}^{-2}$ punktförmig, wobei mit steigender Fluenz die punktförmigen Reflexe nicht deutlicher erscheinen. Somit kann für alle drei Probenotypen (*A*, *B* und *H*) die Anwesenheit von dreidimensionalen Oberflächenstrukturen und eine Aufrauung der Oberfläche bestätigt werden. Die AFM-Aufnahmen der mit Stickstoffionen bestrahlten Probenotypen (*A*, *B* und *H*) zeigen signifikante Topografieunterschiede zur Referenzprobe (Probenotyp *Ref*), da eine sichtbare Vergröberung der Oberfläche stattgefunden hat. Der Grad der Vergröberung nimmt mit steigender Fluenz zu, wobei zunehmend mehr umgelagertes Material in den Senken zu finden ist und auch tiefere Löcher und Gräben auftreten.

In Abb. 4.11a ist die auf den Rauheitswert der Referenzschicht (Probenotyp *Ref*) normierte Rauheit, ermittelt mit AFM bzw. XRR, für diese vier Probenotypen in Abhängigkeit von der Fluenz dargestellt. Zunächst ist mit steigender Fluenz eine Zunahme der Rauheit zu verzeichnen, wobei zu höheren Fluenzen ($\geq 3,5 \times 10^{18} \text{ Ionen cm}^{-2}$) hin eine Sättigung eintritt und die normierte Rauheit nicht weiter steigt. Somit tritt

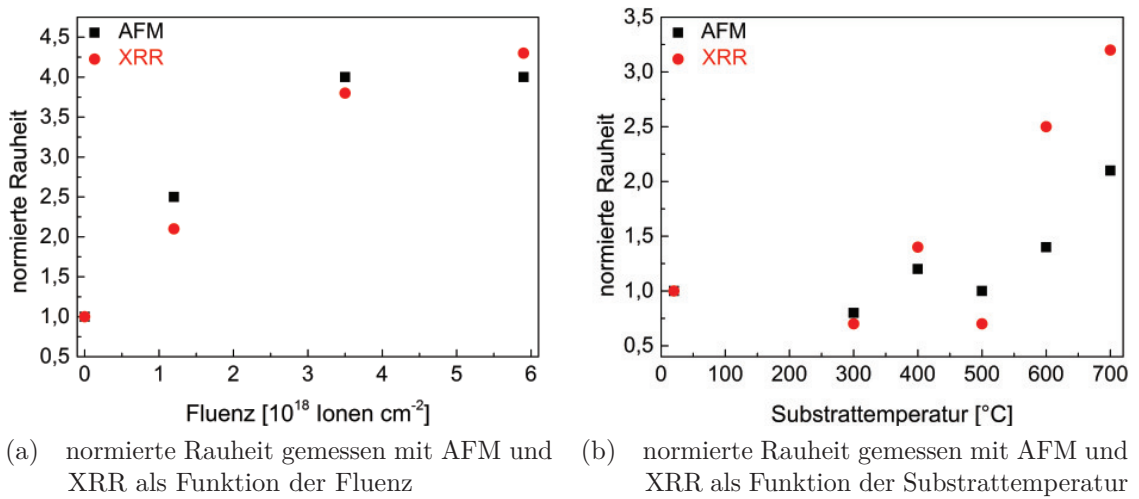


Abb. 4.11: Normierte Rauheiten als Funktion der Fluenz (Substrattemperatur von 700°C) und Substrattemperatur (Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}). Zur Normierung wurden die beiden Probensätze separat betrachtet und jeweils auf den Rauheitswert der Referenzschicht (Probentyp *Ref*) bzw. auf den Rauheitswert der bei RT bestrahlten GaN-Schicht (Probentyp *D*) normiert.

bei einer Fluenz von ca. 6×10^{18} Ionen cm^{-2} ein Maximum der Aufrauung ein, sodass eine Ionenbestrahlung mit noch höheren Fluenzen keinen stärkeren Bestrahlungseffekt auf die GaN-Oberfläche erzielen würde.

Ein Vergleich der RHEED- und Topografieaufnahmen in Abhängigkeit von der Substrattemperatur (Abb. 4.12) verdeutlicht, dass die Substrattemperatur einen wesentlichen Einfluss auf die Effekte einer Ionenbestrahlung mit hohen Fluenzen hat. Die gezeigten Probentypen wurden alle mit der identischen Fluenz von $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} , jedoch bei unterschiedlichen Probentemperaturen, bestrahlt. Die RHEED-Beugungsbilder zeigen, dass die Reflexe der mit Stickstoffionen bestrahlten GaN-Schichten mit steigender Substrattemperatur punktförmiger werden, womit eine Zunahme der Rauheit und eine Verstärkung der dreidimensionalen Oberflächenstrukturen verbunden ist. Die AFM-Bilder bestätigen dies, da diese ebenfalls eine Vergrößerung der Oberfläche mit steigender Substrattemperatur verzeichnen. Dabei treten zwischen 500°C und 600°C die signifikantesten Änderungen in den RHEED- und AFM-Aufnahmen ein. Bis zu einer Temperatur von 500°C sind die Reflexe in den RHEED-Beugungsbildern eher strich- als punktförmig, es sind lediglich Ansätze von punktförmigen Reflexen zu erkennen, die mit steigender Temperatur immer klarer

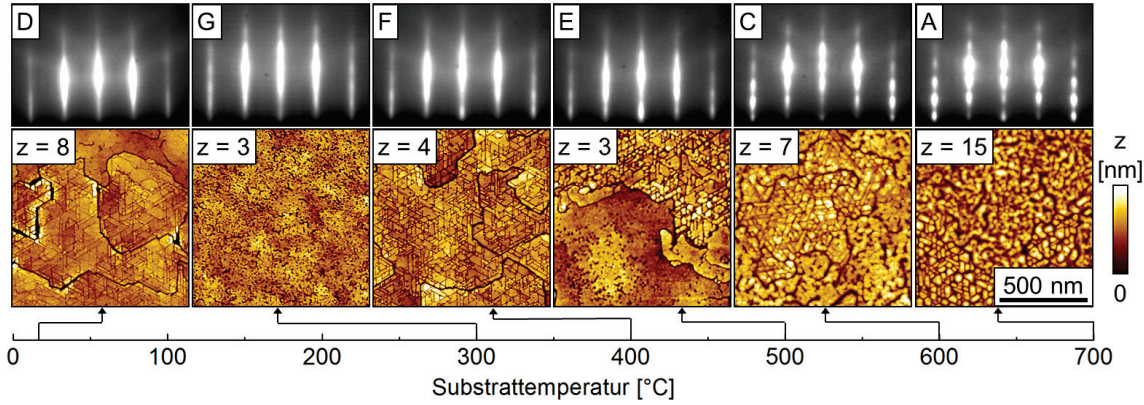


Abb. 4.12: 30 keV RHEED-Beugungsbilder und Topografiebilder ($1 \times 1 \mu\text{m}^2$) gemessen mit AFM für die unterschiedlich behandelten GaN-Schichten als Funktion der Substrattemperatur. Die Fluenz betrug bei allen Proben typen $1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} .

werden. Ab 600°C sind keine Striche mehr, sondern Punkte in den RHEED-Bildern sichtbar. Dies lässt vermuten, dass im Temperaturbereich zwischen 500°C und 600°C eine Art Schwelle existiert, oberhalb derer eine Stickstoffionenbestrahlung signifikante Veränderungen der GaN-Oberfläche bewirkt. Unterhalb dieser Schwelle hat die Bestrahlung mit hyperthermischen Stickstoffionen keine oder allenfalls schwache Auswirkungen auf die Topografie der Schichten gezeigt. Die AFM-Messungen bestätigen die Lage dieser Temperaturschwelle, denn auch hier ist eine Änderung der Topografie zwischen 500°C und 600°C zu verzeichnen. In Abb. 4.11b sind die normierten Rauheiten in Abhängigkeit von der Substrattemperatur bei gleichbleibender Fluenz ($1,2 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2}) dargestellt. Bis einschließlich 500°C bewegen sich die normierten Rauheiten bei einem Wert um $1,0 \text{ nm}$, wobei in diesem Bereich die Schwankungen wachstumsbedingt sind. Erst ab einer Substrattemperatur von $\geq 600^\circ\text{C}$ ist ein signifikanter Anstieg der Rauheit zu erkennen.

Zusammenfassung: Durch den Vergleich der Ergebnisse beider Ionenbestrahlungsserien konnte demonstriert werden, dass die Ionenbestrahlung von GaN-Schichten mit hyperthermischen Stickstoffionen eindeutig von der verwendeten Fluenz und Substrattemperatur abhängt. Die Untersuchungen haben gezeigt, dass die Bestrahlungseffekte mit steigender Fluenz und konstanter Proben temperatur zunächst zunehmen und später in eine Sättigung übergehen. Die Temperatur der Probe spielt

dabei eine wichtige Rolle. Ab 600 °C tritt ein signifikanter Anstieg in der Rauheit auf. Erst die Kombination aus hoher Fluenz und erhöhter Substrattemperatur bewirkt die beschriebenen Oberflächenveränderungen.

4.4 Diskussion

Die Ergebnisse der Experimente haben gezeigt, dass die Proben­temperatur einen signifikanten Einfluss auf die Entwicklung der Topografie während einer hyperthermischen Stickstoffionenbestrahlung von GaN-Oberflächen hat. Als Ursache für den beobachteten Rauheitsanstieg gibt es zwei mögliche Prozesse:

- die temperaturabhängige Zerstäubung und
- die ballistisch induzierte Verlagerung von Adatomen an der Oberfläche.

Beide Möglichkeiten werden im Folgenden genauer diskutiert.

Aus molekulardynamischen Simulationen ist bekannt, dass die Zerstäubungsausbeute bei der gewählten Ionenenergie (≤ 25 eV) so klein ist, dass keine Topografieänderungen durch Zerstäubung im unteren Temperaturbereich erwartet werden können [135, 141]. Die Energie ab der ein Zerstäubungsprozess zu erwarten ist, umfasst für GaN einen weiten Bereich, angefangen bei 25 eV [141] bis hin zu > 100 eV [135]. Die in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Experimente befinden sich am unteren Ende dieses Energiebereiches, wobei die genutzten Ionenenergien bereits zu klein sind, um bei RT einen Zerstäubungseffekt zu bewirken. Theoretische Studien [35–37] haben vorhergesagt und experimentelle Ergebnisse [38–40] haben bestätigt, dass sich die Zerstäubungsausbeute mit steigender Proben­temperatur erhöht. Speziell für Temperaturen nahe der Schmelztemperatur, oder wie hier, nahe der Zersetzungstemperatur des zu zerstäubenden Materials, kann ein starker Anstieg der Zerstäubungsausbeute erwartet werden. Bei GaN startet die thermische Zersetzung in Gallium und Stickstoff bei Temperaturen oberhalb von 710 °C [19, 20]. Als Konsequenz resultiert die Ionenbestrahlung mit hohen Fluenzen bei 600 °C oder 700 °C (85% bzw. 99% der Zersetzungstemperatur im Vakuum) in einer

erhöhten Zerstäubungsausbeute verbunden mit einer Zunahme der Rauheit. Die in den AFM-Messungen beobachteten Löcher in der Oberfläche sind ein typisches Merkmal nach der Bestrahlung mit hyperthermischen Ionen (siehe Abb. 4.2 und 4.7). Ähnliche lokale Oberflächenmerkmale, jedoch von kleinerer Größe, wurden von Cui et al. [148] gefunden, nachdem sie Zerstäubungsexperimente an rotierenden GaN-Schichten bei 4° streifendem Einfall mit 300 eV Argonionen und Proben Temperaturen zwischen RT und 600 °C durchgeführt haben. Die in der vorliegenden Studie während der hyperthermischen Ionenbestrahlung gebildeten Löcher (ohne Probenrotation) sind offensichtlich vom selben Typ. Die ungefähr invertiert kegelförmigen Löcher können dabei für eine einfache Annäherung verwendet werden. Angenommen, dass ein Loch durch Zerstäubungsprozesse bei 700 °C Proben Temperatur geformt wurde und dass das Volumen des entfernten Materials ca. 1000 nm³ entspricht (dies sind etwa 85000 Atome), und dass das kegelförmige Gebiet mit einer Fluenz von $3,5 \times 10^{18}$ Ionen cm⁻² bestrahlt wurde, kann eine lokale Zerstäubungsausbeute von 0,003 Atome/Ion ermittelt werden. Dieser Wert stellt die Obergrenze dar. Für die flachen Oberflächengebiete (ohne Löcher oder Gräben), welche ebenfalls bestrahlt wurden, ist die Zerstäubungsausbeute geringer. Dies zeigt auf, wie schwierig es ist, die Effekte der hyperthermischen Ionenbestrahlung zu erfassen, da diese so extrem klein sind. Trotzdem sind diese Effekte präsent und ein temperaturabhängiges Zerstäuben kann nicht vollständig ausgeschlossen werden. Während Cui et al. [148] ein Minimum in der Oberflächenabtragung bei 400 °C gefunden haben, liegt bei der vorliegenden Arbeit das Abtragsminimum bei RT. Erst bei Temperaturen oberhalb von 600 °C war eine signifikante Abtragung zu verzeichnen.

Eine weitere Ursache für den Anstieg der Rauheit ist die ballistisch induzierte Verlagerung von Adatomen an der Schichtoberfläche während der Ionenbestrahlung. Es ist bekannt, dass eine Bestrahlung mit niederenergetischen Ionen im Regime, in dem die Oberfläche während der Bestrahlung kristallin bleibt, stark die Oberflächenmorphologie durch einen Massentransport beeinflusst. Zum Beispiel konnten Michely und Comsa [159] zeigen, dass die Bestrahlung einer Platinoberfläche mit 600 eV

Argonionen Gruben durch eine schichtweise Abtragung geformt hat und Chey et al. [160] haben gezeigt, dass Germaniumoberflächen nach der Bestrahlung mit 240 eV Xenonionen eine erhöhte Rauheit mit steigender Temperatur und eine regelmäßige Anordnung von Gruben aufweisen. Dabei wurde angenommen [159, 160], dass Adatome eine erhöhte Anlagerung an aufsteigenden Stufen haben. In Übereinstimmung mit diesen Ergebnissen wird in der vorliegenden Studie über hyperthermisch bestrahlte GaN-Schichten angenommen, dass die Bestrahlung mit hyperthermischen Stickstoffionen einen Diffusionsfluss auf nicht ebenen Oberflächen auslöst. Dieser Prozess findet vorwiegend an Orten an denen die Oberflächenbindungsenergie geringer ist, wie zum Beispiel an Stufen und Kinken, statt. Derartige Stufen kommen bei den GaN-Oberflächen vorwiegend in Löchern und Gräben (anschaulich betrachtet besteht ein Loch aus vielen atomaren Stufen) vor, sodass die Auswirkungen der Ionenbestrahlung vorwiegend dort zu beobachten sind. Die Verlagerungsprozesse sind entsprechend des Brice-Modells (siehe Kapitel 2, Abschnitt 2.2) auf die oberste Monolage der GaN-Schicht begrenzt. Zudem liegen, wie bereits erwähnt, die Probertemperaturen, bei denen eine Oberflächenaufräumung beobachtet wurde (600 °C und 700 °C), nahe an der Zersetzungstemperatur von GaN, sodass Stickstoff schwächer gebunden ist. Das Ion muss bei einem elastischen Stoß zunächst die Gallium-Stickstoff-Bindung aufbrechen und danach eine permanente Oberflächenverlagerung eines Gallium- bzw. Stickstoffatoms auslösen. Bei Substrattemperaturen ≥ 600 °C besitzen die Adatome auf der Oberfläche eine höhere Beweglichkeit und können Diffusionsstrecken von bis zu 2 nm zurücklegen (siehe Kapitel 2, Abschnitt 2.3.3). Bei niedrigeren Substrattemperaturen ist die Beweglichkeit der Adatome herabgesetzt und demzufolge die Diffusion eingeschränkt, sodass die Effekte der Ionenbestrahlung schwach bzw. gar nicht zu beobachten sind. Diese ballistische Erhöhung der Oberflächenmobilität wird ebenfalls beim Schichtwachstum ausgenutzt, um beispielsweise ein zweidimensionales Wachstum der Schichten zu erreichen. Es ist sehr wahrscheinlich, dass die hier beobachteten Topografieveränderungen genau durch diesen Prozess erzeugt wurden. Insofern kann als Ursache für den beobachteten Rauheitsanstieg bei erhöhten Pro-

bentemperaturen eine Verlagerung von Adatomen an der Oberfläche, ausgelöst durch Stöße mit den Stickstoffionen, angenommen werden.

4.5 Zusammenfassung

Eine hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung bei Substrattemperaturen $< 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ zeigte keine signifikanten Änderungen der Topografie. Eine thermische Zersetzung der GaN-Schichten während des Bestrahlungsprozesses konnte ausgeschlossen werden. Die Topografieänderungen (Vergröberung der Oberfläche) bei Proben Temperaturen $\geq 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ sind auf ballistisch induzierten Verlagerungen von Adatomen an der Schichtoberfläche zurückzuführen. Weiterhin können die beobachteten Effekte während des GaN-Wachstums, wobei die deponierten Galliumatome gleichzeitig mit Stickstoffionen bestrahlt werden, vernachlässigt werden. Während eines typischen Bestrahlungsexperimentes, wie in der vorliegenden Studie, wird die zuletzt deponierte GaN-Monolage etwa 120 min mit Stickstoffionen bestrahlt, während beim GaN-Wachstum eine Monolage nur einige Sekunden bestrahlt werden kann, bis sie von einer neuen Monolage überwachsen wird. Ein Vergleich dieser beiden Zeiten zeigt, dass die beobachteten Bestrahlungseffekte keinen Einfluss auf das Wachstum haben können.

5 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde zur Herstellung von epitaktischen GaN-Schichten das Verfahren der IBA-MBE eingesetzt. Da das Regime der hyperthermischen Teilchenenergien bis heute wenig untersucht ist, befasst sich die vorliegende Arbeit mit dem Einfluss einer hyperthermischen Stickstoffionenbestrahlung ($E_{kin} \leq 25 \text{ eV}$) auf das GaN-Schichtwachstum. Dabei wurde insbesondere der Einfluss einer Oberflächenrekonstruktion, einer Strukturierung der Oberfläche, einer Zwischenschicht und der Einfluss verschiedener Siliziumsubstratorientierungen auf das epitaktische Wachstum von dünnen GaN-Schichten nach einer hyperthermischen Stickstoffionenbestrahlung diskutiert.

Im ersten Teil der Arbeit wurde das epitaktische Wachstum von GaN-Schichten auf Si(111)- und Si(100)-Substraten betrachtet. GaN-Schichten wurden epitaktisch auf zuvor mit hyperthermischen Stickstoffionen bestrahlten Si(111)- und Si(100)-Substraten mit planaren und vorstrukturierten Oberflächen abgeschieden. Die optimalen Vorbehandlungs- bzw. Wachstumsparameter mussten zunächst experimentell bestimmt werden. Hierfür wurden verschiedene Fluenzen für die Ionenbestrahlung der Siliziumoberflächen eingestellt und es wurden bei konstanter Substrattemperatur verschiedene I/A-Verhältnisse zwischen 1,6 und 6,7 während des GaN-Schichtwachstums erprobt. Weiterhin wurde bei konstantem I/A-Verhältnis die Substrattemperatur beim Wachstum im Bereich von 650°C bis 750°C variiert. Die Ergebnisse haben gezeigt, dass eine hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung der Siliziumoberfläche bei 700°C ausreichend ist (Fluenz: $1,2 \times 10^{18} \text{ Ionen cm}^{-2}$), um eine teilweise kristalline und bis zu 2 nm dicke Siliziumnitrid-Schicht (SiN_x) zu erzeugen, welche

die Siliziumoberfläche vor einem Ätzangriff durch Gallium schützt. Auf planaren ionenbestrahlten Si(111)-Substraten ergab ein I/A-Verhältnis von 1,9 während der GaN-Schichtdeposition die besten Resultate im Hinblick auf die kristalline Qualität der GaN-Schichten. Es bildeten sich jedoch keine geschlossenen GaN-Schichten aus, vielmehr wuchsen die Schichten in voneinander separierten Säulen mit hexagonaler Form. Die XRD-Messungen bestätigten, dass eine c-Achsen-Orientierung der w-GaN-Schichten vorlag und ergaben w-GaN(0002)-Rockingkurvenhalbwertsbreiten von $2,0^\circ$. Es bestand eine eindeutige Epitaxiebeziehung zwischen GaN-Schicht und Si(111)-Substrat, welche wie folgt lautet: w-GaN(0001)||Si(111) und w-GaN[$2\bar{1}\bar{1}0$]|Si[01 $\bar{1}$]. Weiterhin wurden GaN-Schichten mit identischen Depositionsparametern auf nitridierte Siliziumoberflächen mit Rippel- und Terrassenstrukturen deponiert. Durch eine der Deposition vorangegangene Substratstrukturierung konnte die Benetzbarkeit der Siliziumoberflächen erhöht werden, wodurch kompaktere und dichtere GaN-Schichten erzielt wurden. Auch diese hexagonalen GaN-Schichten besaßen eine c-Achsen-Orientierung, jedoch wiesen sie eine höhere Verkipfung und Verdrehung der Kristallite entlang der Wachstumsrichtung auf.

Für das GaN-Schichtwachstum auf ionenbestrahlten Si(100)-Substraten erwies sich eine Fluenz von $0,6 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} bei einer Substrattemperatur von 700°C als optimal, wobei das I/A-Verhältnis während der Deposition wiederum 1,9 betrug. Eine Stickstoffionenbestrahlung mit höherer Fluenz stellte sich als nachteilig heraus, da dies zu einer zu dicken SiN_x -Zwischenschicht führte und die GaN-Schichten aus diesem Grund polykristallin-texturiert wuchsen. Die GaN-Schichten auf den Si(100)-Substraten bestanden aus quaderförmigen Kristalliten mit Stufen an den Oberflächen und zeigten vorwiegend eine (200)-Orientierung des kubischen GaN-Polytypen. Die epitaktische Beziehung zwischen GaN-Schicht und Si(100)-Substrat lautet: z-GaN(100)||Si(100) und z-GaN[010]|Si[010]. Weiterhin wurde anhand von *in plane* Polfigurmessungen in geringem Maß eine 180° -Rotationsverzwillingung 1. Ordnung des kubischen Materials mit den [111]-Richtungen als Rotationsachsen festgestellt. Die Stufen an den Kristallitoberflächen stammen von Stapelfehlern,

welche auf die Verzwillingung des kubischen GaNs zurückzuführen sind. Weiterhin wurden in den GaN-Schichten Anteile hexagonalen GaNs detektiert, welche jedoch eine starke Fehlorientierung gegenüber der Substratnormalen aufwiesen. Die c-Achse des hexagonalen GaNs war dabei um 55° bzw. 18° gekippt.

Der zweite Teil der Arbeit befasste sich mit den Auswirkungen einer hyperthermischen Stickstoffionenbestrahlung von GaN-Oberflächen mit verschiedenen Fluenzen und bei unterschiedlichen Substrattemperaturen. Hierfür wurden GaN-Schichten mit identischen Depositionsparametern auf superpolierten 6H-SiC(0001)-Substraten abgeschieden. Um möglichst glatte, zweidimensional gewachsene GaN-Schichten mit einer geringen Oberflächenrauheit zu erhalten, wurde ein I/A-Verhältnis von 1,8 bzw. 2,3 und eine Substrattemperatur von 700°C ausgewählt. Eine hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung mit hoher Fluenz hat einen messbaren Effekt auf eine GaN-Oberfläche für Substrattemperaturen $\geq 600^\circ\text{C}$. Die Ionenbestrahlung bei Substrattemperaturen $< 500^\circ\text{C}$ zeigt keine signifikanten Änderungen der Oberflächentopografie und kristallinen Oberflächenstruktur. Eine thermische Zersetzung der GaN-Schichten während des Bestrahlungsprozesses als Ursache der Topografieänderung konnte ausgeschlossen werden. Die beobachteten Topografieänderungen bei erhöhten Substrattemperaturen sind auf einen ballistisch induzierten Transport von Adatomen auf der GaN-Oberfläche zurückzuführen. Demzufolge fand eine Umlagerung von Atomen an der Oberfläche, ausgelöst durch die Stöße mit den hyperthermischen Stickstoffionen, statt. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass die Bestrahlungseffekte bei einer Fluenz von $6,0 \times 10^{18}$ Ionen cm^{-2} ein Maximum erreichen und für noch höhere Fluenzen in eine Sättigung übergehen.

Es konnte festgestellt werden, dass eine hyperthermische Stickstoffionenbestrahlung vor, während und nach dem GaN-Schichtwachstum einen signifikanten Einfluss auf das Schichtwachstum bzw. die Schichteigenschaften hat. Bedingt durch die zusätzlichen Freiheitsgrade (wie z.B. die Ionenenergie) war es möglich, bei relativ niedrigen Substrattemperaturen epitaktische GaN-Schichten auf Silizium zu generieren, die sich durch eine vergleichsweise kleine Schichtdicke auszeichneten.

6 Literaturverzeichnis

- [1] W.C. Johnson, J.B. Parsons und M.C. Crew, „Nitrogen compounds of gallium: III. Gallic nitride“, *J. Phys. Chem.* **36** (1932), 2651.
- [2] P. Waltereit, W. Bronner, R. Quay, M. Dammann, M. Cäsar, S. Müller, F. van Raay, R. Kiefer, P. Brückner, J. Kühn, M. Musser, L. Kirste, C. Haupt, W. Pletschen, T. Lim, R. Aidam, M. Mikulla und O. Ambacher, „GaN-based high-frequency devices and circuits: A Fraunhofer perspective“, *Phys. Status Solidi A* **209** (2012), 491.
- [3] A. Zanandrea, E. Bahat-Treidel, F. Rampazzo, A. Stocco, M. Meneghini, E. Zanoni, O. Hilt, P. Ivo, J. Würfl und G. Meneghesso, „Single- and double-heterostructure GaN-HEMTs devices for power switching applications“, *Microelectron. Reliab.* **52** (2012), 2426.
- [4] M. Stutzmann, G. Steinhoff, M. Eickhoff, O. Ambacher, C.E. Nebel, J. Schallwig, R. Neuberger und G. Müller, „GaN-based heterostructures for sensor applications“, *Diamond Relat. Mater.* **11** (2002), 886.
- [5] A. Anders, N. Newman, M. Rubin, M. Dickinson, E. Jones, P. Phatak und A. Gassmann, „Hollow-anode plasma source for molecular beam epitaxy of gallium nitride“, *Rev. Sci. Instrum.* **67** (1996), 905.
- [6] J.W. Gerlach, D. Schrupp, K. Volz, M. Zeitler, B. Rauschenbach und A. Anders, „Low-energy ion assisted deposition of epitaxial gallium nitride films“, *Nucl. Instrum. Meth. B* **148** (1999), 406.

-
- [7] N.E. Lee, R.C. Powell, Y.W. Kim und J.E. Greene, „Molecular-beam epitaxy of GaN(0001) utilizing NH_3 and/or NH_x^+ ions - growth-kinetics and defect structure“, *J. Vac. Sci. Technol. A - Vac. Surf. Films* **13** (1995), 2293.
- [8] M.S.H. Leung, R. Klockenbrink, C. Kisielowski, H. Fujii, J. Krüger, G.S. Sudhir, Z. Liliental-Weber, M. Rubin und E.R. Weber, „Pressure controlled GaN MBE growth using a hollow anode nitrogen ion source“, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **449** (1997), 221.
- [9] S. Sienz, J.W. Gerlach, T. Höche, A. Sidorenko und B. Rauschenbach, „Ion-beam-assisted molecular-beam epitaxy: A method to deposit gallium nitride films with high crystalline quality“, *Thin Solid Films* **458** (2004), 63.
- [10] J.W. Gerlach, A. Hofmann, T. Höche, F. Frost, B. Rauschenbach und G. Benndorf, „High-quality m-plane GaN thin films deposited on $\gamma\text{-LiAlO}_2$ by ion-beam-assisted molecular-beam epitaxy“, *Appl. Phys. Lett.* **88** (2006), 011902.
- [11] J.W. Gerlach, T. Ivanov, L. Neumann, T. Höche, D. Hirsch und B. Rauschenbach, „Epitaxial GaN films by hyperthermal ion-beam nitridation of Ga droplets“, *J. Appl. Phys.* **111** (2012), 113521.
- [12] L. Neumann, J.W. Gerlach und B. Rauschenbach, „Initial stages of the ion-beam assisted epitaxial GaN film growth on 6H-SiC(0001)“, *Thin Solid Films* **520** (2012), 3936.
- [13] F. Semond, „Epitaxial challenges of GaN on silicon“, *MRS Bull.* **40** (2015), 412.
- [14] H. Xia, Q. Xia und A.L. Ruoff, „High-pressure structure of gallium nitride: Wurtzite-to-rocksalt phase transition“, *Phys. Rev. B* **47** (1993), 12925.
- [15] H.P. Maruska und J.J. Tietjen, „Preparation and properties of vapor-deposited single-crystalline GaN“, *Appl. Phys. Lett.* **15** (1969), 327.

- [16] M. Leszczynski, H. Teisseyre, T. Suski, I. Grzegory, M. Bockowski, J. Jun, S. Porowski, K. Pakula, J.M. Baranowski, C.T. Foxon und T.S. Cheng, „Lattice parameters of gallium nitride“, *Appl. Phys. Lett.* **69** (1996), 73.
- [17] O. Ambacher, „Growth and applications of group III-nitrides“, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **31** (1998), 2653.
- [18] S. Porowski, „Growth and properties of single crystalline GaN substrates and homoepitaxial layers“, *Mater. Sci. Eng. B* **44** (1997), 407.
- [19] D.D. Koleske, A.E. Wickenden, R.L. Henry, W.J. DeSisto und R.J. Gorman, „Growth model for GaN with comparison to structural, optical, and electrical properties“, *J. Appl. Phys.* **84** (1998), 1998.
- [20] R. Groh, G. Gerey, L. Bartha und J.I. Pankove, „On the thermal decomposition of GaN in vacuum“, *Phys. Status Solidi A* **26** (1974), 353.
- [21] V. Bougrov, M.E. Levinshtein, S.L. Rumyantsev und A. Zubrilov, „Properties of advanced semiconductor materials: GaN, AlN, InN, BN, SiC, SiGe“, *John Wiley & Sons, Inc., New York* (2001), 1.
- [22] W. Qian, M. Skowronski und G.R. Rohrer, „III-nitride, SiC, and diamond materials for electronic devices: Structural defects and their relationship to nucleation of GaN thin films“, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc., Pittsburgh, PA.* **423** (1996), 475.
- [23] F. Benkabou, P. Becker, M. Certier und H. Aourag, „Structural and dynamical properties of zincblende GaN“, *Phys. Status Solidi B* **209** (1998), 223.
- [24] J.W. Orton und C.T. Foxon, „Group III nitride semiconductors for short wavelength light-emitting devices“, *Rep. Prog. Phys.* **61** (1998), 1.
- [25] S.C. Jain, M. Willander, J. Narayan und R. van Overstreaten, „III-nitrides: Growth, characterization, and properties“, *J. Appl. Phys.* **87** (2000), 965.
- [26] N.G. Weimann, L.F. Eastman, D. Doppalapudi, H.M. Ng und T.D. Moustakas, „Scattering of electrons at threading dislocations in GaN“, *J. Appl. Phys.* **83** (1998), 3656.

-
- [27] S. Nakamura, Y. Harada und M. Seno, „Novel metalorganic chemical vapor deposition system for GaN growth“, *Appl. Phys. Lett.* **58** (1991), 2021.
- [28] I. Akasaki, H. Amano, Y. Koide, K. Hiramatsu und N. Sawaki, „Effects of AlN buffer layer on crystallographic structure and on electrical and optical properties of GaN and $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ ($0 < x \leq 0.4$) films grown on sapphire substrate by MOVPE“, *J. Cryst. Growth* **98** (1989), 209.
- [29] S. Nakamura, „GaN growth using GaN buffer layer“, *Jpn. J. Appl. Phys.* **30** (1991), L 1705.
- [30] Z. Sitar, M.J. Paisley, B. Yan, J. Ruan, W.J. Choyke und R.F. Davis, „Growth of AlN/GaN layered structures by gas source molecular-beam epitaxy“, *J. Vac. Sci. Technol. B* **8** (1990), 316.
- [31] J.H. Edgar, S. Strite, I. Akasaki und C. Wetzel, „Properties, processing and applications of gallium nitride and related semiconductors“, *Emis Datareviews Series, INSPEC, London* **N23** (1999).
- [32] J.W. Gerlach, R. Schwertberger, D. Schrupp, B. Rauschenbach, H. Neumann und M. Zeuner, „Texture and epitaxy by ion beam assisted deposition of gallium nitride“, *Surf. Coat. Technol.* **128/129** (2000), 286.
- [33] R.C. Powell, N.-E. Lee, Y.-W. Kim und J.E. Greene, „Heteroepitaxial wurtzite and zinc-blende structure GaN grown by reactive-ion molecular-beam epitaxy: Growth kinetics, microstructure, and properties“, *J. Appl. Phys.* **73** (1993), 189.
- [34] J.W. Gerlach, D. Schrupp, R. Schwertberger, B. Rauschenbach und A. Anders, „Study of low-energy ion assisted epitaxy of GaN films: Influence of the initial growth rate“, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **585** (2000), 239.
- [35] L.E. Seiberling, J.E. Griffith und T.A. Tombrello, „A thermalized ion explosion model for high energy sputtering and track registration“, *Radiat. Eff.* **52** (1980), 201.

- [36] P. Sigmund und M. Szymonski, „Temperature-dependent sputtering of metals and insulators“, *Appl. Phys. A* **33** (1984), 141.
- [37] T. Muramoto, „MD study on temperature dependence of sputtering yield“, *Nucl. Instrum. Meth. B* **267** (2009), 3232.
- [38] C.E. Carlston, G.D. Magnuson, A. Comeaux und P. Mahadevan, „Effect of elevated temperatures on sputtering yields“, *Phys. Rev.* **138** (1965), A 759.
- [39] J. Bohdanský, H. Lindner, E. Hechtel, A.P. Martinelli und J. Roth, „Sputtering yield of Cu and Ag at target temperatures close to the melting point“, *Nucl. Instrum. Meth. B* (1986), 509.
- [40] R. Behrisch und W. Eckstein, „Sputtering yield increase with target temperature for Ag“, *Nucl. Instrum. Meth. B* **82** (1993), 255.
- [41] K. Vanormelingen, B. Degroote, H. Pattyn und A. Vantomme, „Thin films growth using hyperthermal ions: A surface morphology study“, *Surf. Sci.* **561** (2004), 147.
- [42] R.L. Headrick, S. Kycia, A.R. Woll, J.D. Brock und M.V. Ramana Murty, „Ion-assisted nucleation and growth of GaN on sapphire(0001)“, *Phys. Rev. B* **58** (1998), 4818.
- [43] J.W. Gerlach, R. Schwerberger, D. Schrupp, S. Sienz, W. Attenberger und B. Rauschenbach, „Influence of the ion irradiation during low-energy nitrogen ion assisted deposition of wurtzitic gallium nitride films on sapphire“, *IPAP Conf. Ser.* **1** (2000), 202.
- [44] D.K. Brice, J.Y. Tsao und S.T. Picraux, „Partitioning of ion-induced surface and bulk displacements“, *Nucl. Instrum. Meth. B* **44** (1989), 68.
- [45] Z.Q. Ma und Y. Kido, „The atomic displacements on surface generated by low-energy projectile“, *Thin Solid Films* **359** (2000), 288.
- [46] K.W. Böer, „Survey of Semiconductors“, *Van Nostrand-Reinhold, New York* **1** (1990), 68.

-
- [47] A. Ionascut-Nedelcescu, C. Carlone, A. Houdayer, H.J. von Bardeleben, J.L. Cantin und S. Raymond, „Radiation hardness of gallium nitride“, *IEEE Trans. Nucl. Sci.* **49** (2002), 2733.
- [48] H.Y. Xiao, Fei Gao, X.T. Zu und W.J. Weber, „Threshold displacement energy in GaN: Ab initio molecular dynamics study“, *J. Appl. Phys.* **105** (2009), 123527.
- [49] D.C. Look, D.C. Reynolds, J.W. Hemsky, J.R. Sizelove, R.L. Jones und R.J. Molnar, „Defect donor and acceptor in GaN“, *Phys. Rev. Lett.* **79** (1997), 2273.
- [50] J. Nord, K. Nordlund, J. Keinonen und K. Albe, „Molecular dynamics study of defect formation in GaN cascades“, *Nucl. Instrum. Meth. B* **202** (2003), 93.
- [51] L. Ickert und H.G. Schneider, „Wachstum einkristalliner Schichten: Physikalisch-chemische Grundlagen der Epitaxie“, *Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig* (1983).
- [52] M. Henzler und W. Göpel, „Oberflächenphysik des Festkörpers“, *Vieweg+Teubner Verlag, Stuttgart* (1994).
- [53] E. Bauer, „Phänomenologische Theorie der Kristallabscheidung an Oberflächen“, *Z. Krist. - Cryst. Mater.* **110** (1958), 372.
- [54] V.N. Bessolov, S.A. Kukushkin, A.V. Osipov und A.V. Luk’yanov, „Hetero-epitaxy of gallium nitride layers: The role of initial stages in film formation“, *Mater. Phys. Mech.* **6** (2003), 1.
- [55] L. Neumann, „Anfangsstadien des ionenstrahlgestützten epitaktischen Wachstums von Galliumnitrid-Schichten auf Siliziumkarbid“, *Dissertation, Universität Leipzig* (2013).
- [56] A. Anders und M. Kühn, „Characterization of a low-energy constricted-plasma source“, *Rev. Sci. Instrum.* **69** (1998), 1340.

- [57] A. Anders und S. Anders, „The working principle of the hollow-anode plasma source“, *Plasma Sources Sci. Technol.* **4** (1995), 571.
- [58] P. Becker, P. Seyfried und H. Siegert, „The lattice parameter of highly pure silicon single crystals“, *Z. Phy. B - Con. Mat.* **48** (1982), 17.
- [59] Y. Okada und Y. Tokumaru, „Precise determination of lattice parameter and thermal expansion coefficient of silicon between 300 and 1500 K“, *J. Appl. Phys.* **56** (1984), 314.
- [60] S. Sharma und M.K. Sunkara, „Direct synthesis of single-crystalline silicon nanowires using molten gallium and silane plasma“, *Nanotechnology* **15** (2004), 130.
- [61] R.W. Olesinski, N. Kanani und G.J. Abbaschian, „The Ga-Si (gallium-silicon) system“, *Bull. Alloy Phase Diagr.* **6** (1985), 362.
- [62] K. Werner, A. Beyer, J.O. Oelerich, S.D. Baranovskii, W. Stolz und K. Volz, „Structural characteristics of gallium metal deposited on Si(001) by MOCVD“, *J. Cryst. Growth* **405** (2014), 102.
- [63] P. Vicente, E. Pernot, D. Chaussende und J. Camassel, „Atomic-step observations on 6H- and 15R-SiC polished surfaces“, *Mater. Sci. Forum* **389-393** (2002), 729.
- [64] L. Liu und J.H. Edgar, „Substrates for gallium nitride epitaxy“, *Mater. Sci. Eng. R* **37** (2002), 61.
- [65] D. Poppitz, A. Lotnyk, J.W. Gerlach, J. Lenzner, M. Grundmann und B. Rauschenbach, „An aberration-corrected STEM study of structural defects in epitaxial GaN films grown by ion beam assisted MBE“, *Micron* **73** (2015), 1.
- [66] H. Rose, „Outline of a spherical corrected semiaplanatic medium-voltage transmission electron microscope“, *Optik* **85** (1990), 30.
- [67] M. Haider, H. Rose, S. Uhlemann, E. Schwan, B. Kabius und K. Urban, „A spherical-aberration-corrected 200 kV transmission electron microscope“, *Ultramicroscopy* **75** (1998), 53.

-
- [68] A. Lotnyk, D. Poppitz, J.W. Gerlach und B. Rauschenbach, „Direct imaging of light elements by annular dark-field aberration-corrected scanning transmission electron microscopy“, *Appl. Phys. Lett.* **104** (2014), 071908.
- [69] M.K. Sunkara, S. Sharma, R. Miranda, G. Lian und E.C. Dickey, „Bulk synthesis of silicon nanowires using a low-temperature vapor-liquid-solid method“, *Appl. Phys. Lett.* **79** (2001), 1546.
- [70] K. Yamane, T. Kobayashi, Y. Furukawa, H. Okada, H. Yonezu und A. Wakahara, „Growth of pit-free GaP on Si by suppression of a surface reaction at an initial growth stage“, *J. Cryst. Growth* **311** (2009), 794.
- [71] H. Ishikawa und K. Shimanaka, „Reduction of threading dislocations in GaN on in-situ meltback-etched Si substrates“, *J. Cryst. Growth* **315** (2011), 196.
- [72] A. Watanabe, T. Takechi, K. Hirosawa, H. Amano, K. Hiramatsu und I. Akasaki, „The growth of single crystalline GaN on a Si substrate using AlN as an intermediate layer“, *J. Cryst. Growth* **128** (1993), 391.
- [73] A. Dadgar, M. Poschenrieder, J. Bläsing, O. Contreras, F. Bertram, T. Riemann, A. Reiher, M. Kunze, I. Daumiller, A. Krtschil, A. Diez, A. Kaluza, A. Modlich, M. Kamp, J. Christen, F.A. Ponce, E. Kohn und A. Krost, „MOVPE growth of GaN on Si(111) substrates“, *J. Cryst. Growth* **248** (2003), 556.
- [74] M. Sobanska, K. Klosek, Z.R. Zytewicz, J. Borysiuk, B.S. Witkowski, E. Lusakowska, A. Reszka und R. Jakiela, „Plasma-assisted MBE growth of GaN on Si(111) substrates“, *Cryst. Res. Technol.* **47** (2012), 307.
- [75] T. Yamada, T. Tanikawa, Y. Honda, M. Yamaguchi und H. Amano, „Growth of GaN on Si(111) substrates via a reactive-sputter-deposited AlN intermediate layer“, *Jpn. J. Appl. Phys.* **52** (2013), 08JB16.
- [76] D. Zhu, D.J. Wallis und C.J. Humphreys, „Prospects of III-nitride optoelectronics grown on Si“, *Rep. Prog. Phys.* **76** (2013), 106501.
- [77] M.L. Colaianni, P.J. Chen, N. Nagashima und J.T. Yates Jr, „Silicon nitride thin film production on Si(111)“, *J. Appl. Phys.* **73** (1993), 4927.

- [78] E. Bauer, Y. Wei, T. Müller, A. Pavlovska und I.S.T. Tsong, „Reactive crystal growth in two dimensions: Silicon nitride on Si(111)“, *Phys. Rev. B* **51** (1995), 17891.
- [79] J.S. Ha, K.-H. Park, W.S. Yun, Y.-J. Ko und S.K. Kim, „Interaction of nitrogen with Si(111)-7×7 surfaces at elevated temperatures“, *Surf. Sci.* **426** (1999), 373.
- [80] J.-W. Chai, G.-H. Yang, H.-C. Pan, J.-Q. Cao, D.-Z. Zhu und H.-J. Xu, „Auger electron spectroscopy and Rutherford backscattering-channeling study of silicon nitride formation by low energy N₂⁺ ion implantation“, *Chin. Phys. Lett.* **16** (1999), 120.
- [81] G. Zhai, J. Yang, N. Cue und X.-S. Wang, „Surface structures of silicon nitride thin films on Si(111)“, *Thin Solid Films* **366** (2000), 121.
- [82] S. Gwo, C.-L. Wu, F.S.-S. Chien, T. Yasuda und S. Yamasaki, „Scanning probe microscopy and lithography of ultrathin Si₃N₄ films grown on Si(111) and Si(001)“, *Jpn. J. Appl. Phys.* **40** (2001), 4368.
- [83] J.W. Kim und H.W. Yeom, „Surface and interface structures of epitaxial silicon nitride on Si(111)“, *Phys. Rev. B* **67** (2003), 035304.
- [84] J. Falta, T. Schmidt, S. Gangopaphyay, T. Clausen, O. Brunke, J.I. Flege, S. Heun, S. Bernstorff, L. Gregoratti und M. Kiskinova, „Ultra-thin high-quality silicon nitride films on Si(111)“, *EPL* **94** (2011), 16003.
- [85] C.-L. Wu, W.-S. Chen und Y.-H. Su, „N₂-plasma nitridation on Si(111): Its effect on crystalline silicon nitride growth“, *Surf. Sci.* **606** (2012), L51.
- [86] Y. Nakada, I. Aksenov und H. Okumura, „GaN heteroepitaxial growth on silicon nitride buffer layers formed on Si(111) surfaces by plasma-assisted molecular beam epitaxy“, *Appl. Phys. Lett.* **73** (1998), 827.
- [87] H. Liu, Z. Ye, H. Zhang und B. Zhao, „Wurtzite GaN epitaxial growth on Si(111) using silicon nitride as an initial layer“, *Mat. Res. Bull.* **35** (2000), 1837.

-
- [88] J. Huang, Z. Ye, L. Wang, J. Yuan, B. Zhao und H. Lu, „Comparison of GaN epitaxial films on silicon nitride buffer and Si(111)“, *Solid-State Electron.* **46** (2002), 1231.
- [89] W.-Y. Uen, Z.-Y. Li, S.-M. Lan und S.-M. Liao, „Epitaxial growth of high-quality GaN on appropriately nitridated Si substrate by metal organic chemical vapor deposition“, *J. Cryst. Growth* **280** (2005), 335.
- [90] M. Kumar, B. Roul, T.N. Bhat, M.K. Rajpalke, P. Misra, L.M. Kukreja, N. Sinha, A.T. Kalghatgi und S.B. Krupanidhi, „Improved growth of GaN layers on ultra thin silicon nitride/Si(111) by RF-MBE“, *Mater. Res. Bull.* **45** (2010), 1581.
- [91] B.H. Boo und D.E. Kang, „Growth of high-quality GaN thin films on Si(111) substrates with silicon nitride buffer layers by using pulsed laser deposition“, *J. Korean Phys. Soc.* **59** (2011), 3284.
- [92] A. Wierzbicka, Z.R. Zytkeiwicz, S. Kret, J. Borysuik, P. Dluzewski, M. Sobanska, K. Klosek, A. Reszka, G. Tchutchulashvili, A. Cabaj und E. Lusakowska, „Influence of substrate nitridation temperature on epitaxial alignment of GaN nanowires to Si(111) substrate“, *Nanotechnology* **24** (2013), 035703.
- [93] D. Zubia, S.H. Zaidi, S.R.J. Brueck und S.D. Hersee, „Nanoheteroepitaxial growth of GaN on Si by organometallic vapor phase epitaxy“, *Appl. Phys. Lett.* **76** (2000), 858.
- [94] Y. Honda, Y. Kuroiwa, M. Yamaguchi und N. Sawaki, „Growth of GaN free from cracks on a (111)Si substrate by selective metalorganic vapor-phase epitaxy“, *Appl. Phys. Lett.* **80** (2002), 222.
- [95] L.S. Wang, S. Tripathy, B.Z. Wang und S.J. Chua, „GaN epilayers on nano-patterned GaN/Si(111) templates: Structural and optical characterization“, *Appl. Surf. Sci.* **253** (2006), 214.

- [96] S. Fündling, Ü. Sökmen, E. Peiner, T. Weimann, P. Hinze, U. Jahn, A. Trampert, H. Riechert, A. Bakin, H.-H. Wehmann und A. Waag, „Gallium nitride heterostructures on 3D structured silicon“, *Nanotechnology* **19** (2008), 405301.
- [97] W. Kern, „The evolution of silicon wafer cleaning technology“, *J. Electrochem. Soc.* **137** (1990), 1887.
- [98] G.S. Higashi, Y.J. Chabal, G.W. Trucks und Krishnan Raghavachari, „Ideal hydrogen termination of the Si(111) surface“, *Appl. Phys. Lett.* **56** (1989), 656.
- [99] S. Watanabe, N. Nakayama und T. Ito, „Homogeneous hydrogen terminated Si(111) surface formed using aqueous HF solution and water“, *J. Appl. Phys.* **59** (1991), 1458.
- [100] Y. Morita und H. Tokumoto, „Ideal hydrogen termination of Si(001) surface by wet chemical preparation“, *Appl. Phys. Lett.* **67** (1995), 2654.
- [101] Y. Ma und J.A. Eades, „Analyses of HF/NH₄F buffer-treated Si(111) surfaces using XPS, REM and SIMS“, *Appl. Phys. A* **62** (1996), 247.
- [102] R.T. Tung, J.M. Gibson und J.M. Poate, „Formation of ultrathin single-crystal silicide films on Si: Surface and interfacial stabilization of Si-NiSi₂ epitaxial structures“, *Phys. Rev. Lett.* **50** (1983), 429.
- [103] R.J. Wilson und S. Chiang, „Surface modifications induced by adsorbates at low coverage: A scanning-tunneling-microscopy study of the Ni/Si(111) $\sqrt{19}$ surface“, *Phys. Rev. Lett.* **58** (1987), 2575.
- [104] T. Yao, S. Shinabe und M. Yoshimura, „Atomistic study of the formation process of Ni silicide on the Si(111)-7×7 surface with scanning tunneling microscopy“, *Appl. Surf. Sci.* **104/105** (1996), 213.
- [105] W. Skorupa, U. Kreissig, H. Örtel und H. Bartsch, „Properties of epitaxial silicon nitride layers on buried silicon nitride produced by ion implantation“, *Vacuum* **36** (1986), 933.

-
- [106] G.A. Kachurin, I.V. Tyschenko, A.E. Plotnikov und V.P. Popov, „Growth of single-crystal α -Si₃N₄ in buried layers formed by low rate implantation of N⁺ ions in heated silicon“, *Soviet Physics Semiconductors-USSR* **26** (1992), 779.
- [107] X.-S. Wang, G. Zhai, J. Yang, L. Wang, Y. Hu, Z. Li, J.C. Tang, X. Wang, K.K. Fung und N. Cue, „Nitridation of Si(111)“, *Surf. Sci.* **494** (2001), 83.
- [108] P. Kumar, M. Kumar, R. Nötzel und S.M. Shivaprasad, „Nitrogen ion induced nitridation of Si(111) surface: Energy and fluence dependence“, *Mat. Chem. Phys.* **145** (2014), 274.
- [109] M. Teichmann, J. Lorbeer, F. Frost und B. Rauschenbach, „Ripple coarsening on ion beam-eroded surfaces“, *Nanoscale Res. Lett.* **9** (2014), 439.
- [110] M.K. Bae, D.H. Shin, S.N. Yi, J.H. Na, A.M. Green, R.A. Taylor, S.H. Park und N.L. Kang, „Surface investigation of a cubic AlN buffer layer and GaN growth on Si(111) and Si(100) as revealed by atomic force microscopy“, *J. Korean Phys. Soc.* **49** (2006), 1092.
- [111] M. Cervantes-Contreras, M. López-López, M. Meléndez-Lira, M. Tamura und Y. Hiroyama, „Molecular beam epitaxial growth of GaN on (100)- and (111) Si substrates coated with a thin SiC layer“, *J. Cryst. Growth* **227-228** (2001), 425.
- [112] X.H. Ji und J.W. Zhai, „Growth of GaN films on Si(100) buffered with ZnO by ion-beam-assisted filtered cathodic vacuum arc technique“, *J. Electron. Mat.* **37** (2008), 573.
- [113] T.N. Bhat, M.K. Rajpalke, B. Roul, M. Kumar und S.B. Krupanidhi, „Substrate nitridation induced modulations in transport properties of wurtzite GaN/p-Si (100) heterojunctions grown by molecular beam epitaxy“, *J. Appl. Phys.* **110** (2011), 093718.
- [114] T.N. Bhat, M.K. Rajpalke, B. Roul, M. Kumar und S.B. Krupanidhi, „Impact of substrate nitridation on the photoluminescence and photovoltaic charac-

- teristics of GaN grown on p-Si (100) by molecular beam epitaxy“, *J. Mater. Sci. - Mater. Electron.* **24** (2013), 3371.
- [115] J. Park, D.Y. Moon, M.H. Kim, S.H. Park und E. Yoon, „Growth of GaN branched α -Si₃N₄ nanowires on (100) Si by metal organic chemical vapor deposition“, *Mater. Lett.* **76** (2012), 106.
- [116] S.J. White und D.P. Woodruff, „The surface structure of Si(100) surfaces using averaged LEED“, *Surf. Sci.* **64** (1977), 131.
- [117] Ganesh Jayaram, P. Xu und L.D. Marks, „Structure of Si(100)-(2x1) surface using UHV transmission electron diffraction“, *Phys. Rev. Lett.* **71** (1993), 3489.
- [118] S. Nishimura und K. Terashima, „Growth of c-GaN on Si(100)“, *Mater. Sci. Eng.* **B82** (2001), 25.
- [119] S. Nishimura, H. Hanamoto, K. Terashima und S. Matsumoto, „Growth of GaN on Si(100) substrates using BP as a buffer layer - selective epitaxial growth“, *Mater. Sci. Eng.* **B93** (2002), 135.
- [120] A. Yamada, T. Maruyama und K. Akimoto, „Growth of c-GaN on carbonized Si(100) surfaces“, *J. Cryst. Growth* **189/190** (1998), 401.
- [121] C. Bayram, J.A. Ott, K.-T. Shiu, C.-W. Cheng, Y. Zhu, J. Kim, M. Razeghi und D.K. Sadana, „Cubic phase GaN on nano-grooved Si(100) via maskless selective area epitaxy“, *Adv. Funct. Mater.* **24** (2014), 4492.
- [122] M.C. Yoo, T.I. Kim, K. Kim, K.H. Shim und J. Verdeyen, „Epitaxial growth of GaN on Si(100)/sapphire(0001) using RF plasma-assisted ionized source beam epitaxy“, *Opt. Quant. Electron.* **27** (1995), 427.
- [123] J.-H. Boo, S.-B. Lee, Y.-S. Kim, J.T. Park, K.-S. Yu und Y. Kim, „Growth of AlN and GaN thin films on Si(100) using new single molecular precursors by MOCVD method“, *Phys. Status Solidi A* **176** (1999), 711.
- [124] D.S. Joag, D.J. Late und U.D. Lanke, „Field emission from a-GaN films deposited on Si(100)“, *Solid State Commun.* **130** (2004), 305.

-
- [125] J.H. Song, Y.Z. Yoo, K. Nakajima, T. Chikyow, T. Sekiguchi und H. Koinuma, „Nonpolar a-plane GaN film on Si(100) produced using a specially designed lattice-matched buffer: A fresh approach to eliminate the polarization effect“, *J. Appl. Phys.* **97** (2005), 043531.
- [126] D.V. Dinh, S.M. Kang, J.H. Yang, S.-W. Kim und D.H. Yoon, „Synthesis and field emission properties of triangular-shaped GaN nanowires on Si(100) substrates“, *J. Cryst. Growth* **311** (2009), 495.
- [127] K.K. Ansah Antwi, C.B. Soh, Q. Wee, Rayson J.N. Tan, P. Yang, H.R. Tan, L.F. Sun, Z.X. Shen und S.J. Chua, „Cristallographically tilted and partially strain relaxed GaN grown on inclined {111} facets etched on Si(100) substrate“, *J. Appl. Phys.* **114** (2013), 243512.
- [128] K.-C. Shen, M.-C. Jiang, H.-R. Liu, H.-H. Hsueh, Y.-C. Kao, R.-H. Horng und D.-S. Wu, „Pulsed laser deposition of hexagonal GaN-on-Si(100) template for MOCVD applications“, *Opt. Express* **21** (2013), 26468.
- [129] M.A.E. Samsudin, N. Zainal und Z. Hassan, „Controlled porosity of GaN using different pore size of Si(100) substrates“, *Superlattices and Microstruct.* **73** (2014), 54.
- [130] H.-Y. Shih, M.-C. Lin, L.-Y. Chen und M.-J. Chen, „Uniform GaN thin films grown on (100) silicon by remote plasma atomic layer deposition“, *Nanotechnology* **26** (2015), 014002.
- [131] S.-H. Chang, Y.-K. Fang, S.-F. Ting, C.-Y. Lin, S.-F. Chen, H. Kuan und C.-Y. Liang, „Poly- and single-crystalline h-GaN grown on SiCN/Si(100) and SiCN/Si(111) substrates by MOCVD“, *J. Electron. Mater.* **35** (2006), 1837.
- [132] A. Matoussi, F. Ben Nasr, R. Salh, T. Boufaden, S. Guermazi, H.-J. Fitting, B. Eljani und Z. Fakhfakh, „Morphological, structural and optical properties of GaN grown on porous silicon/Si(100) substrate“, *Mater. Lett.* **62** (2008), 515.

- [133] T. Araki, S. Uchimura, J. Sakaguchi, Y. Nanishi, T. Fujishima, A. Hsu, K.K. Kim, T. Palacios, A. Pesquera, A. Centeno und A. Zurutuza, „Radio-frequency plasma-excited molecular beam epitaxy growth of GaN on graphene/Si(100) substrates“, *Appl. Phys. Express* **7** (2014), 071001.
- [134] D. Chowdhury, D. Ghose und S.A. Mollick, „Homoepitaxy of germanium by hyperthermal ion irradiation“, *Vacuum* **107** (2014), 23.
- [135] K. Harafuji und K. Kawamura, „Sputtering yield as a function of incident ion energy and angle in wurtzite-type GaN crystal“, *Jpn. J. Appl. Phys.* **47** (2008), 1536.
- [136] K. Harafuji und K. Kawamura, „Point defects induced by physical sputtering in wurtzite-type GaN crystal“, *Jpn. J. Appl. Phys.* **49** (2010), 011001.
- [137] W. Ren, A. Kuronen und K. Nordlund, „Atomistic simulation of irradiation effects in GaN nanowires“, *Nucl. Instrum. Meth. B* **326** (2014), 15.
- [138] E. Despiau-Pujo und P. Chabert, „Low energy Ar⁺ bombardment of GaN surfaces: A statistical study of ion reflection and sputtering“, *J. Vac. Sci. Technol. A* **28** (2010), 1263.
- [139] E. Despiau-Pujo und P. Chabert, „MD simulations of GaN sputtering by Ar⁺-ions: Ion-induced damage and near-surface modification under continuous bombardment“, *J. Vac. Sc. Technol. A* **28** (2010), 1105.
- [140] S.J. Pearton, C.R. Abernathy, F. Ren und J.R. Lothian, „Ar⁺-ion milling characteristics of III-V nitrides“, *J. Appl. Phys.* **76** (1994), 1210.
- [141] I.P. Soshnikov, Yu.A. Kudriavtsev, A.V. Lunev und N.A. Bert, „Sputtering of III-V semiconductors under argon atom and ion bombardment“, *Nucl. Instrum. Meth. B* **127/128** (1997), 115.
- [142] A.A. Promokhov, A.S. Mosunov, S.S. Elovikov und V.E. Yurasova, „Features of sputtering of nitrides with various component mass ratios“, *Vacuum* **56** (2000), 247.

- [143] A.N. Hattori, K. Endo, K. Hattori und H. Daimon, „Surface treatments toward obtaining clean GaN(0001) from commercial hydride vapor phase epitaxy and metal-organic chemical vapor deposition substrates in ultrahigh vacuum“, *Appl. Surf. Sci.* **256** (2010), 4745.
- [144] J. Kovač und A. Zalar, „Surface composition changes in GaN induced by argon ion bombardment“, *Surf. Interface Anal.* **34** (2002), 253.
- [145] R. Carin, J.P. Deville und J. Werckmann, „An XPS study of GaN thin films on GaAs“, *Surf. Interface Anal.* **16** (1990), 65.
- [146] K.S.A. Butcher, Afifuddin, T.L. Tansley, N. Brack, P.J. Pigram, H. Timmers, K.E. Prince und R.G. Elliman, „Gallium and oxygen accumulations on gallium nitride surfaces following argon ion milling in ultra-high vacuum conditions“, *Appl. Surf. Sci.* **230** (2004), 18.
- [147] B. Cui, P.I. Cohen und A.M. Dabiran, „Nanostructure formation during ion-assisted growth of GaN by molecular beam epitaxy“, *J. Appl. Phys.* **97** (2005), 104313.
- [148] B. Cui, P.I. Cohen, A.M. Dabiran und R. Jorgenson, „Direct measurement of curvature-dependent ion etching of GaN“, *J. Appl. Phys.* **98** (2005), 083504.
- [149] Y.H. Lai, C.T. Yeh, J.M. Hwang, H.L. Hwang, C.T. Chen und W.H. Hung, „Sputtering and etching of GaN surfaces“, *J. Phys. Chem. B* **105** (2001), 10029.
- [150] R.W. Hunt, L. Vanzetti, T. Castro, K.M. Chen, L. Sorba, P.I. Cohen, W. Gladfelter, J.M. Van Hove, J.N. Kuznia, M. Asif Khan und A. Franciosi, „Electronic structure, surface composition and long-range order in GaN“, *Physica B* **185** (1993), 415.
- [151] R.A. Oliver, C. Nörenberg, M.G. Martin, A. Crossley, M.R. Castell und G.A.D. Briggs, „Gallium nitride surface preparation optimised using in situ scanning tunnelling microscopy“, *Appl. Surf. Sci.* **214** (2003), 1.

- [152] C.I. Wu, A. Kahn, N. Taskar, D. Dorman und D. Gallagher, „GaN(0001)-(1×1) surfaces: Composition and electronic properties“, *J. Appl. Phys.* **83** (1998), 4249.
- [153] S.S. Elovikov, I.K. Khrustachev, A.S. Mosunov und V.E. Yurasova, „Mass dependence of nitride sputtering“, *Radiat. Eff. Defects Solids* **158** (2003), 573.
- [154] E.Yu. Zykova, V.E. Yurasova und S.S. Elovikov, „On features of metal and binary compound sputtering by low-energy ions“, *Nucl. Instrum. Meth. B* **267** (2009), 2735.
- [155] M. Kanazawa, A. Takano, Y. Higashi, M. Suzuki und Y. Homma, „Observation of ripple formation on O₂⁺-irradiated GaN surfaces using atomic force microscopy“, *Appl. Surf. Sci.* **203/204** (2003), 152.
- [156] S. Sienz, J.W. Gerlach, T. Höche, A. Sidorenko, T.G. Mayerhöfer, G. Benndorf und B. Rauschenbach, „Comparison of ion-beam-assisted molecular beam epitaxy with conventional molecular beam epitaxy of thin hexagonal gallium nitride films“, *J. Cryst. Growth* **264** (2004), 184.
- [157] J.W. Gerlach, A. Hofmann, T. Höche und B. Rauschenbach, „Control of the crystalline quality of wurtzitic GaN films deposited on γ -LiAlO₂ by ion-beam assisted molecular-beam epitaxy“, *Nucl. Instrum. Meth. B* **257** (2007), 315.
- [158] A. Finzel, J.W. Gerlach, J. Lorbeer, F. Frost und B. Rauschenbach, „High-fluence hyperthermal ion irradiation of gallium nitride surfaces at elevated temperatures“, *Appl. Surf. Sci.* **317** (2014), 811.
- [159] T. Michely und G. Comsa, „Temperature dependence of the sputtering morphology of Pt(111)“, *Surf. Sci.* **256** (1991), 217.
- [160] S.J. Chey, J.E. Van Nostrand und D.G. Cahill, „Surface morphology of Ge(001) during etching by low-energy ions“, *Phys. Rev. B* **52** (1995), 16696.

Abkürzungen

| | |
|----------------|---|
| AES | Auger- E lektronen- S pektrometrie |
| AFM | Rasterkraftmikroskopie (A tomic F orce M icroscopy) |
| CCD | ladungsgekoppeltes Bauteil (C harge- C oupled D evice) |
| EDX | energie-dispersive Röntgenspektroskopie (E nergy D ispersive X -Ray Spectroscopy) |
| FWHM | Halbwertsbreite (F ull W idth at H alf M aximum) |
| GID | Diffraktometrie bei streifendem Einfall (G razing I ncidence D iffraction) |
| HVPE | Hydridgasphasenepitaxie (H ydride V apor P hase E pitaxy) |
| IBA-MBE | Ionenstrahlgestützte Molekularstrahlepitaxie (I on- B eam A ssisted M olecular B eam E pitaxy) |
| LD | L aser d iode |
| LED | L icht e mittierende D iode |
| LEED | Beugung niederenergetischer Elektronen (L ow E nergy E lectron D iffraction) |
| MBE | Molekularstrahlepitaxie (M olecular B eam E pitaxy) |
| ML | M onolage |
| MOVPE | Metallorganische Gasphasenepitaxie (M etal O rganic V apor P hase E pitaxy) |
| PL | P hotolumineszenz |
| QMS | Q uadrupol m assenspektrometer |
| RC | Rockingkurve (R ocking C urve) |

| | |
|--------------|---|
| RF | R adio f requenz |
| RHEED | Reflexionsbeugung hochenergetischer Elektronen (R eflection H igh E nergy E lectron D iffraction) |
| RMS | quadratisches Mittel (R oot M ean S quare) |
| RT | R aum t emperatur |
| SEM | Rasterelektronenmikroskopie (S canning E lectron M icroscopy) |
| SPM | Rastersondenmikroskopie (S canning P robe M icroscopy) |
| STEM | Rastertransmissionselektronenmikroskopie (S canning T ransmission E lectron M icroscopy) |
| STM | Rastertunnelmikroskopie (S canning T unneling M icroscopy) |
| TEM | Transmissionselektronenmikroskopie (T ransmission E lectron M icroscopy) |
| UHV | U ltra h och v akuum |
| XPS | Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (X -Ray P hotoelectron S pectroscopy) |
| XRD | Röntgenstrahl-Diffraktometrie (X -Ray D iffractometry) |
| XRR | Röntgenstrahl-Reflektometrie (X -Ray R eflectometry) |

Danksagung

Herrn Prof. Dr. Dr. h.c. Bernd Rauschenbach gilt mein aufrichtiger Dank für die engagierte Betreuung meiner Arbeit. Ich bin sehr dankbar dafür, dass er mir die Möglichkeit gab, meine Dissertation auf einem spannenden und innovativem Forschungsgebiet anzufertigen, und dass er stets offen für Fragen und Diskussionen war. Sein entgegengebrachtes Vertrauen ließ ein selbstständiges Arbeiten mit großen Freiräumen für die Umsetzung eigener Ideen zu.

Besonders dankbar bin ich meinem Gruppenleiter, Dr. Jürgen W. Gerlach, für die intensive und engagierte Betreuung meiner Arbeit. Sein umfangreiches Fachwissen und seine Erfahrung auf dem Gebiet der ionenstrahlgestützten Abscheidung haben maßgeblich zum Gelingen meiner Arbeit beigetragen. Dabei hatte er jederzeit ein offenes Ohr für fachliche Fragen und Diskussionen und er stand mir immer mit Rat und Tat zur Seite. Seine freundliche und ruhige Art und sein großes Interesse am Gelingen meiner Arbeit war stets hilfreich, wobei ich viel Unterstützung bei der Durchführung und Auswertung vieler Untersuchungen von ihm erhielt. Ich bin ihm außerdem sehr dankbar dafür, dass er mir stets Gehör bei persönlichen Anliegen schenkte, und dass er immer Verständnis bei Erkrankungen meines Kindes zeigte. Ich werde die fachlichen und persönlichen Gespräche mit ihm sehr vermissen und insbesondere die angenehme gemeinsame Zeit auf Tagungen.

Weiterhin möchte ich meinen Bürokollegen Frau Susann Liedtke, Herrn Christoph Grüner und Herrn Xinxing Sun („Sunny“) für die gute Zusammenarbeit und das

angenehme Arbeitsklima danken. Besonderer Dank geht an Herrn Christoph Grüner für das kritische Lesen meiner Arbeit, für die Durchführung einiger SEM-Messungen, sowie für die produktiven fachlichen Diskussionen. Außerdem möchte ich mich an dieser Stelle bei den beiden ehemaligen Arbeitsgruppenmitgliedern, Herrn Benjamin Herold und Herrn Daniel Janke, für die gute Zusammenarbeit und die freundliche Arbeitsatmosphäre bedanken. Des Weiteren möchte ich Herrn Tom Quaas für die zuverlässige und schnelle Durchführung der PL-Messungen danken.

Ein großes Dankeschön geht an Herrn Toni Liebeskind für das Reinigen und Ätzen der Siliziumsubstrate. Zu Hochzeiten der Probenherstellung ätzte er nahezu täglich ein Substrat für mich und stand dafür jederzeit zur Verfügung. Vielen Dank dafür!

Herrn Dr. Frank Frost, Herrn Dr. Marc Teichmann und Frau Renate Fechner danke ich für die Strukturierung der Siliziumsubstrate, wobei ich besonders Herrn Dr. Frank Frost für die Durchführung einiger AFM-Messungen und den fachlichen Rat bei Problemen am AFM-Messplatz danken möchte. Ich bedanke mich bei Herrn Jan Lorbeer für die Einführung in die AFM-Messtechnik und für die stete Hilfe bei Schwierigkeiten während der Messungen. Insbesondere bedanke ich mich bei Herrn Jan Lorbeer und Herrn Dr. Marc Teichmann für die kompetente Beratung bei LaTeX-Problemen und für die vielen angenehmen Gespräche und die freundliche Atmosphäre, die mir immer entgegengebracht wurde.

Herrn Dr. Andriy Lotnyk und Herrn Dr. David Poppitz danke ich für die Durchführung der TEM- und STEM-Messungen und die Unterstützung bei der Auswertung. Ein besonderes Dankeschön geht an Herrn Dr. David Poppitz für die positive und freundliche Zusammenarbeit. Weiterhin möchte ich Frau Agnes Mill für die Präparation der TEM-Lamellen danken.

Ich danke Herrn Dietmar Hirsch für die Durchführung der SEM-Messungen und

für die fachlichen Gespräche, sowie für sein Engagement als Betriebsrat.

Weiterhin bedanke ich mich bei Herrn Dr. Erik Thelander für die produktiven fachlichen Gespräche und für die Siliziumsubstrate, die er mir zur Verfügung stellte.

Herrn Prof. Dr. André Anders vom Lawrence Berkeley National Laboratory (Berkeley USA) danke ich für die Bereitstellung der Hohlanoden-Plasmaquelle. Sie hat immer über viele Stunden am Stück stabil und zuverlässig gearbeitet.

Den Mitarbeitern der Werkstatt danke ich für die sorgfältige und sehr schnelle Erledigung von Reparaturen und mechanischen Arbeiten.

Zudem bin ich vielen Kolleginnen und Kollegen vom IOM zu Dank verpflichtet, besonders den Kollegen, die an unserer täglichen Mittagsrunde teilgenommen haben. Die familiäre und angenehme Atmosphäre wird mir immer positiv in Erinnerung bleiben.

Ein ganz besonderer Dank geht an meine Familie, insbesondere an meinem Mann Sven und meinen Sohn Timo, ohne die ich niemals so weit im Leben gekommen wäre und die mich in jeder Beziehung bedingungslos unterstützt haben.

Lebenslauf des Autors

| | | |
|----------------------|-------------------|---|
| Persönliches: | Name: | Annemarie Finzel, geb. Sickert |
| | Geburtstag: | 16. Januar 1989 |
| | Geburtsort: | Borna bei Leipzig |
| | Nationalität: | Deutsch |
| | Familienstand: | verheiratet, 1 Kind |
| Schulbildung: | 08/1995 - 07/2007 | Besuch der Grundschule und des Gymnasiums in Bad Lausick |
| Studium: | 10/2007 - 07/2010 | Bachelorstudium der Physik an der Universität Leipzig |
| | 10/2010 - 03/2012 | Masterstudium der Physik an der Universität Leipzig (Schwerpunkt: Nukleare Festkörperphysik) |
| Promotion: | seit 12/2012 | Wissenschaftliche Mitarbeiterin (Doktorandin) am Leibniz-Institut für Oberflächenmodifizierung e.V. |
| | seit 04/2013 | Mitglied der Graduiertenschule „BuildMoNa“ der Universität Leipzig |

Publikationslisten

Der Inhalt der vorliegenden Arbeit wurde bereits teilweise publiziert bzw. befindet sich gerade in der Vorbereitung zur Publikation:

1. A. Finzel, J.W. Gerlach, A. Lotnyk und B. Rauschenbach, „Ion-beam assisted epitaxy of cubic GaN films on Si(100) substrates“, *in Vorbereitung*.
2. A. Finzel, J.W. Gerlach, F. Frost, R. Fechner, M. Teichmann, A. Lotnyk und B. Rauschenbach, „Epitaxial GaN films deposited on ion-beam structured Si(111) substrates“, *in Vorbereitung*.
3. A. Finzel, J.W. Gerlach, J. Lorbeer, F. Frost und B. Rauschenbach, „High-fluence hyperthermal ion irradiation of gallium nitride surfaces at elevated temperatures“, *Appl. Surf. Sci.* **317** (2014) 811.

Weitere Publikationen (Master- und Bachelorarbeit):

4. A. Sickert, N. Barapatre, M. Rothermel, D. Teupser und T. Reinert, „3D analysis of an induced atherosclerotic lesion in a murine artery by PIXE stacking“, *Int. J. PIXE* **22** (2012) 81.
5. H.A. Scheidt, A. Sickert, T. Meier, N. Castellucci, C. Tomasini und D. Huster, „The interaction of lipid modified pseudopeptides with lipid membranes“, *Org. Biomol. Chem.* **9** (2011) 6998.

Konferenzbeiträge (Poster und Vorträge):

1. A. Finzel, J.W. Gerlach, A. Lotnyk und B. Rauschenbach, „Structural analysis of GaN films deposited on different Si substrates by hyperthermal ion-beam assisted molecular beam epitaxy“, *Workshop Ionenstrahlen & Nanostrukturen, Heidelberg* **Poster** (2015).
2. A. Finzel, J.W. Gerlach, F. Frost, R. Fechner, M. Teichmann, A. Lotnyk und B. Rauschenbach, „Epitaxial GaN films deposited on ion-beam structured Si(111) with SiN_x intermediate layer“, *DPG Frühjahrstagung, Berlin* **Vortrag** (2015).
3. A. Finzel, J.W. Gerlach, F. Frost, R. Fechner, M. Teichmann, A. Lotnyk und B. Rauschenbach, „Epitaxial GaN films deposited on ion-beam structured Si(111) with SiN_x intermediate layer“, *Annual BuildMoNa Conference, Leipzig* **Vortrag** (2015).
4. A. Finzel, J.W. Gerlach, J. Lorbeer, F. Frost und B. Rauschenbach, „High-fluence hyperthermal ion irradiation of gallium nitride surfaces at elevated temperatures“, *Workshop Ionenstrahlen & Nanostrukturen, Paderborn* **Poster** (2014).
5. A. Finzel, J.W. Gerlach und B. Rauschenbach, „Gallium nitride films by ion-beam assisted MBE - Effects of long-term ion irradiation“, *DPG Frühjahrstagung, Dresden* **Vortrag** (2014).
6. A. Finzel, J.W. Gerlach, F. Frost, J. Lorbeer und B. Rauschenbach, „Ion-beam assisted molecular-beam epitaxy of gallium nitride - Initial stages of ion irradiation“, *18th International Summer School on Vacuum, Electron and Ion Technologies, Sozopol (Bulgarien)* **Poster** (2013).

Selbstständigkeitserklärung

Hiermit versichere ich, dass die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt, und dass die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken in der Arbeit als solche kenntlich gemacht wurden. Ich versichere, dass alle Personen, von denen ich bei der Auswahl und Auswertung des Materials, sowie bei der Herstellung des Manuskripts Unterstützungsleistungen erhalten habe, in der Danksagung der vorliegenden Arbeit aufgeführt sind. Ich versichere, dass außer den in der Danksagung genannten, weitere Personen bei der geistigen Herstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt waren, und insbesondere von mir oder in meinem Auftrag weder unmittelbar noch mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten haben, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorliegenden Dissertation stehen. Außerdem versichere ich, keinen Promotionsberater in Anspruch genommen zu haben. Ich versichere weiterhin, dass die vorliegende Arbeit weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde zum Zwecke einer Promotion oder eines anderen Prüfungsverfahrens vorgelegt und in ihrer Gesamtheit noch nicht veröffentlicht wurde. Ich versichere außerdem, dass keine früheren erfolglosen Promotionsversuche stattgefunden haben.

Leipzig, den 28. Juni 2016



Annemarie Finzel